

**UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA  
LA MOLINA**

**FACULTAD DE INDUSTRIAS ALIMENTARIAS**



**“APROVECHAMIENTO INTEGRAL DE NARANJAS (*Citrus sinensis*)  
RESIDUALES DE LA VARIEDAD *Washington Navel*”**

**TRABAJO ACADÉMICO PARA OPTAR EL TÍTULO DE  
INGENIERO EN INDUSTRIAS ALIMENTARIAS**

**DAVYS BERROSPI SÁNCHEZ**

**LIMA – PERÚ**

**2019**

---

**La UNALM es titular de los derechos patrimoniales de la presente investigación  
(Art. 24 – Reglamento de Propiedad Intelectual)**

**UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA  
LA MOLINA**

**FACULTAD DE INDUSTRIAS ALIMENTARIAS**

**“APROVECHAMIENTO INTEGRAL DE NARANJAS (*Citrus sinensis*)  
RESIDUALES DE LA VARIEDAD *Washington Navel*”**

**TRABAJO ACADÉMICO PARA OPTAR EL TÍTULO DE  
INGENIERO EN INDUSTRIAS ALIMENTARIAS**

**DAVYS BERROSPI SÁNCHEZ**

Sustentado y aprobado ante el siguiente jurado:

---

Dr. Américo Guevara Pérez

**PRESIDENTE**

---

Dra. Ana C. Aguilar Galvez

**MIEMBRO**

---

Mg. Sc. Beatriz A. Hatta Sakoda

**MIEMBRO**

---

M. Sc. Eduardo R. Morales Soriano

**ASESOR**

---

Mg. Sc. Silvia M. García Torres

**CO- ASESOR(A)**

LIMA - PERÚ

2019

## DEDICATORIA

*A Any y Julio, mis padres.*

*A Alán, mi hermano amigo.*

*A Helena, mi amada hermosa.*

*A Demetrio, mi tío amigo.*

*A Abigail, Sara y Alain, mis sobrinos.*

*y*

*A todas aquellas personas que buscan con el estudio e investigación una realización personal y transformación del país.*

## AGRADECIMIENTO

- A Dios, tu Dios, por la oportunidad en la vida; a la Pachamama (madre tierra), por proveer la diversidad de frutas y demás riquezas alimenticias.
- A mis Padres Any y Julio, por ser los artífices de mi formación personal y profesional. Asimismo a mi hermano Alán, por su apoyo en todo mis proyectos y a mi tío Demetrio, por incentivar me al estudio e investigación.
- A mi amada Helena, por su apoyo y motivación acompañada de alegría, para culminar el trabajo de investigación.
- A mis asesores M. Sc. Eduardo Morales Soriano y Mg. Sc. Silvia García Torres por el apoyo incondicional durante el proceso de investigación del trabajo académico.
- Muy especial a mi jurado especial Mg. Sc. Beatriz Hatta Sakoda, por dedicarle su tiempo a las correcciones y transferencia de experiencia en el campo de tecnología de alimentos y bebidas espirituosas - Pisco.
- A mi presidente Dr. Américo Guevara Pérez y mi jurado Dra. Ana Aguilar Gálvez, por dedicarle su tiempo a las correcciones y precisiones del trabajo académico.
- Al fundo Señor de los Milagros, ubicado en el Valle Irrigación Santa Rosa, Sayán-Huaura, por proveer las naranjas *Washington Navel* para la investigación.
- A todas aquellas personas que me han acompañado durante el largo camino de mi aprendizaje y comparten mi éxito como el suyo propio.

# ÍNDICE GENERAL

## RESUMEN

## ABSTRACT

<b>I. INTRODUCCIÓN</b> .....	<b>1</b>
<b>II. REVISIÓN DE LITERATURA</b> .....	<b>3</b>
2.1 PRODUCCIÓN NACIONAL DE NARANJAS.....	3
2.2 COMPOSICIÓN DE LA NARANJA.....	4
2.3 PARÁMETROS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE LA NARANJA .....	7
2.4 COMPONENTES VOLÁTILES CARACTERÍSTICOS DE NARANJA.....	8
2.4.1 COMPONENTES VOLÁTILES PRESENTES EN LA CÁSCARA DE NARANJA...9	
2.4.2 COMPONENTES VOLÁTILES PRESENTES EN EL ZUMO DE NARANJA.....	11
2.5 COMPUESTOS AROMÁTICOS EN UN DESTILADO ALCOHÓLICO A PARTIR DE NARANJA .....	13
2.5.1 MACERACIÓN O PRE-FERMENTO.....	13
2.5.2 FERMENTACIÓN.....	14
2.5.3 DESTILACIÓN.....	17
2.6 COMPONENTE NO VOLÁTIL PROVENIENTES DEL BAGAZO DE NARANJA: PECTINA .....	18
2.6.1 CONTENIDO DE METOXILO RELACIONADO CON EL GRADO DE ESTERIFICACIÓN (GE).....	20
2.6.2 GRADO DE GEL.....	21
2.6.3 APLICACIONES DE LA PECTINA.....	21
2.7 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN.....	22
2.7.1 PRINCIPALES MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES.....	22
2.7.2 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE PECTINA DE ALTO METOXILO.....	23
2.7.3 PROCESO PARA LA OBTENCIÓN DE PECTINAS DE BAJO METOXILO.....	23
2.8 MÉTODO DE DESTILACIÓN: ALAMBIQUE SIMPLE.....	24

<b>III. METODOLOGÍA.....</b>	<b>25</b>
3.1 LUGAR DE EJECUCIÓN .....	25
3.2 MATERIA PRIMA E INSUMOS.....	25
3.2.1 MATERIA PRIMA.....	25
3.2.2 INSUMOS.....	25
3.3 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS .....	25
3.3.1 REACTIVOS.....	25
3.3.2 EQUIPOS.....	26
3.3.3 MATERIALES.....	26
3.4 ANÁLISIS FÍSICO-QUÍMICO .....	26
3.5 METODOLOGÍA .....	27
3.5.1 CARACTERIZACIÓN DEL JUGO Y CÁSCARAS DE NARANJA.....	28
3.5.2 OBTENCIÓN DEL DESTILADO ALCOHÓLICO.....	28
3.5.3 OBTENCIÓN DE ACEITE ESENCIAL.....	31
3.5.4 OBTENCIÓN DE PECTINA.....	32
3.5.5 DISEÑO DE UN FLUJO DE PROCESAMIENTO INTEGRAL.....	34
3.5.6 BALANCE DE MASA .....	35
<b>IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....</b>	<b>37</b>
4.1 CARACTERÍSTICAS DE LA NARANJA RESIDUAL .....	37
4.1.1 RENDIMIENTO DE JUGO, CORTEZA Y BAGAZO DE LA NARANJA <i>Washington Navel</i> .....	37
4.1.2 HUMEDAD DE LA CÁSCARA Y EL BAGAZO.....	38
4.1.3 CARACTERÍSTICAS FÍSICOQUÍMICAS DEL JUGO DE NARANJA <i>W.</i> <i>Navel</i> .....	38
4.2 RENDIMIENTOS DEL DESTILADO ALCOHÓLICO, ACEITE ESENCIAL Y PECTINA DE ALTO METOXILO .....	41
4.2.1 RENDIMIENTO DEL DESTILADO ALCOHÓLICO.....	41
4.2.2 RENDIMIENTO DE ACEITE ESENCIAL.....	42

4.2.3 RENDIMIENTO DE PECTINA DE ALTO METOXILO.....	44
4.3 FLUJOGRAMA DEL APROVECHAMIENTO INTEGRAL DE LA NARANJA ....	45
4.4 BALANCE DE MASA .....	48
<b>V. CONCLUSIONES .....</b>	<b>50</b>
<b>VI. RECOMENDACIONES .....</b>	<b>51</b>
<b>VII. BIBLIOGRAFÍA .....</b>	<b>52</b>
<b>VIII. ANEXOS .....</b>	<b>59</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1: Componentes químicos presente en la naranja .....	6
Tabla 2: Composición fisicoquímica de la cáscara y jugo de naranja <i>W. Navel</i> .....	6
Tabla 3: Composición química del aceite esencial de cáscaras de naranja.....	9
Tabla 4: Resumen de los rendimientos de extracción de aceites esenciales a partir de residuos de cáscaras de naranja secas (OPW). .....	10
Tabla 5: Distribución de los componentes volátiles del flavor en el zumo de naranja	12
Tabla 6: Evolución de los compuestos orgánicos determinados por HPLC y GC al inicio y en 24 horas de fermentación del jugo de naranja.....	15
Tabla 7: Características tecnológicas de levaduras fermentativas.....	16
Tabla 8: Componentes “ <i>Congéneres</i> ” y etanol obtenidos en altas concentraciones en la cabeza, cuerpo y cola del destilado de frutas.....	18
Tabla 9: Resumen de las condiciones de extracción para cáscaras de naranja.....	19
Tabla 10: Relación del grado de esterificación (GE) con la rapidez de gelificación ...	21
Tabla 11: Rendimiento de jugo, cáscara y bagazo .....	37
Tabla 12: Composición fisicoquímica del jugo de naranja residual.....	39
Tabla 13: Rendimientos del aguardiente a partir del jugo de naranja .....	41
Tabla 14: Rendimiento de aceite esencial a partir de las cáscaras.....	43
Tabla 15: Rendimiento de pectina de alto metoxilo a partir del bagazo .....	44
Tabla 16: Balance de masa general.....	48
Tabla 17: Registro de humedad de las cáscaras de naranja.....	59
Tabla 18: Registro de humedad del bagazo .....	59
Tabla 19: Registro de parámetros fisicoquímicos.....	60
Tabla 20: Registros de rendimientos de jugo, cáscara y bagazo de naranjas residuales (var. <i>Washington Navel</i> ).....	61
Tabla 21: Registro del rendimiento del destilado alcohólico.....	62
Tabla 22: Registro del rendimiento del aceite esencial .....	62
Tabla 23: Registro del rendimiento de pectina de alto metoxilo.....	63
Tabla 24: Registro de grado alcohólico corregido a 20 °C.....	64
Tabla 25: Balance de masa para el <i>batch</i> 01 .....	65
Tabla 26: Balance de masa para el <i>batch</i> 02 .....	66
Tabla 27: Balance de masa para el <i>batch</i> 03.....	67

<b>Tabla 28: Cantidad de insumos, reactivos, materiales y equipos para la extracción de aguardiente, aceite esencial y pectina.....</b>	<b>68</b>
---	-----------

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1: Principales regiones productoras de Naranjas (2016).....</b>	<b>3</b>
<b>Figura 2: Anatomía de la naranja.....</b>	<b>5</b>
<b>Figura 3: Destilación por arrastre de vapor a escala piloto de 50–100 L de capacidad..</b>	<b>23</b>
<b>Figura 4: Partes de un alambique simple.....</b>	<b>24</b>
<b>Figura 5: Secuencia de actividades para el aprovechamiento integral de la naranja Huando (variedad <i>Washington Navel</i>) .....</b>	<b>28</b>
<b>Figura 6: Flujo de operaciones para la obtención del destilado alcohólico.....</b>	<b>29</b>
<b>Figura 7: Flujo de operaciones para la obtención de aceites esenciales.....</b>	<b>31</b>
<b>Figura 8: Flujo de operaciones para la obtención de pectinas de alto metoxilo ....</b>	<b>33</b>
<b>Figura 9: Esquema para el balance de masa en la obtención del aguardiente (destilado alcohólico), aceites esenciales y pectina.....</b>	<b>36</b>
<b>Figura 10: Flujo de operaciones para obtener aguardiente, aceites esenciales y pectina a partir de naranjas residuales.....</b>	<b>47</b>
<b>Figura 11: Balance de masa en la obtención del aguardiente (destilado alcohólico), aceites esenciales y pectina.....</b>	<b>48</b>

## ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO 1: REGISTRO DE HUMEDAD.....	59
ANEXO 2: REGISTRO DE HUMEDAD, ACIDEZ, pH, °BRIX, DENSIDAD, AZUCARES REDUCTORES Y GL PROBABLE DEL JUGO DE NARANJA RESIDUAL.....	60
ANEXO 3: RENDIMIENTO DE JUGO, CÁSCARA, BAGAZO, DESTILADO ALCOHÓLICO, ACEITE ESENCIAL Y PECTINA DE ALTO METOXILO.....	61
ANEXO 4: CORRECCIÓN DEL GRADO ALCOHÓLICO DEL DESTILADO .....	63
ANEXO 5: BALANCE DE MASA PARA CADA <i>BATCH</i> .....	64
ANEXO 6: INSUMOS, REACTIVOS, MATERIALES Y EQUIPOS .....	67

## RESUMEN

Se investigó tres formas de aprovechamiento, diseñando un flujo de operaciones integral, de las naranjas residuales de la variedad *Washington Navel*, mediante la obtención de un aguardiente (destilado alcohólico), extracción de aceites esenciales y pectina; a partir del jugo de naranja, cáscaras y bagazo, respectivamente. Para llevar a cabo la fermentación alcohólica, se utilizó levadura *Saccharomyces cerevisiae*, 0.3 g/L de fosfato de amonio a pH original del jugo de naranja, para su posterior destilación. La extracción del aceite esencial se realizó a partir de las cáscaras, mediante el método de arrastre con vapor, para su posterior purificación con Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidro. Luego, se realizó la extracción de pectina con HCl al 37 por ciento, pH 2 y 80 °C. Además, se caracterizó previamente las naranjas residuales en parámetros fisicoquímicos como rendimiento del jugo, °Brix, pH, azúcares reductores, totales y se estimó el grado alcohólico probable del mosto sin fermentar. El análisis estadístico de los rendimientos de aguardiente, aceite esencial y pectina, indicaron que la variabilidad de las repeticiones es baja para cada uno de los productos obtenidos, (coeficiente de variabilidad menor al 10%). El rendimiento del aguardiente (40 °GL) a partir de las naranjas residuales fue 7.49 por ciento (mL de etanol/ 100 mL mosto fermentado) ó 59.10 g/L., 0.66 por ciento (mL aceite/cáscara de naranja) para aceites esenciales y 16.70 por ciento (kg/cáscara de naranja seca) para la obtención de pectina.

**Palabras clave:** Naranjas residuales *Washington Navel*, aguardiente, *Saccharomyces cerevisiae*, grado alcohólico, rendimiento.

## **ABSTRACT**

*Three forms of exploitation were investigated, designing an integral flow of operations, of the residual "Huando" oranges (Washington Navel variety), by obtaining a hard liqueur (distilled spirits), extraction of essential oils and pectin; from orange juice, peels and bagasse, respectively. To carry out the alcoholic fermentation, yeast *Saccharomyces cerevisiae*, 0.3 g / L of ammonium phosphate was used at the original pH of the orange juice, for its later distillation. The extraction of the essential oil was carried out from the peel, by means of the steam trapping method, for its subsequent purification with anhydrous  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Then, pectin extraction was extracted with 37 percent HCl, pH 2 and 80 °C. In addition, the residual oranges were previously characterized in physicochemical parameters such as juice yield, °Brix, pH, reducing sugars, totals and the probable alcoholic degree of the unfermented must was estimated. The statistical analysis of the yields of brandy, essential oil and pectin, indicated that the variability of the repetitions is low for each of the products obtained, (coefficient of variability less than 10%). The yield of the liquor (40 °GL) from the residual oranges was 7.49 percent (mL of ethanol / 100 mL fermented must) or 59.10 g / L, 0.66 percent (ml oil / orange peel) for essential oils and 16.70 percent (kg / dry orange peel) to obtain pectin.*

**Keywords:** *Washington Navel residual oranges, hard liqueur, *Saccharomyces cerevisiae*, alcoholic grade, yields.*

## I. INTRODUCCIÓN

La naranja de la variedad *Washington Navel* es conocida en el país como naranja “Huando” se cultiva en la región Lima. Según el Ministerio de Agricultura y Riego (MINAGRI, 2017), la producción total de naranjas para dicha región fue de 34 440 t en el año 2016. Sin embargo, este volumen no incluye a las naranjas de desecho o “residuales”, existiendo limitada información sobre la cantidad que no pudo ser comercializada y que tuvo que enterrarse en los campos de cultivo, no aprovechándose los residuos de manera inmediata.

Asimismo, la carencia de algunos agricultores en asesoría técnica en manejo post cosecha y el enfoque sólo al procesamiento primario de la materia prima, generan gran cantidad de naranjas rajadas, con alto grado de madurez o magulladas, denominadas “residuales”. Para la campaña 2018, estos residuales ascendieron a 10 t/ha en la región Lima (Valle de Irrigación Santa Rosa, Sayán, Huaura).

Actualmente, el Ministerio de Agricultura y Riego (MINAGRI) mediante el Programa Nacional de Destilados del Perú ha identificado como “cítricos” (mandarinas, naranjas y tanghelos) en la región Lima, Ica y San Martín y “naranjas” en la región Puno como productos potenciales para la producción de destilados (Sierra y Selva Exportadora, 2018). En consecuencia, considerando la promulgación del Decreto Legislativo 1278 (2016) del Ministerio del Ambiente, que aprueba la Ley de gestión integral de los residuos sólidos, para la prevención o minimización de la generación de residuos sólidos en origen y la valorización de los mismos (Ministerio de Ambiente [MINAM], 2016). Es posible la elaboración de un destilado alcohólico, extracción de aceites esenciales y pectina, a partir de las naranjas residuales como alternativa para su aprovechamiento y valorización de los mismos.

Sin embargo, en nuestro país existen pocas empresas dedicadas al procesamiento de destilados alcohólicos a base de cítricos, entre ellas naranjas de la variedad *Navel*. Además, no existe una “denominación comercial” para este aguardiente; situación que difiere con

respecto a la denominación del Pisco, el cual la Norma Técnica Peruana (NTP, 2006) lo define como “el aguardiente obtenido exclusivamente por destilación de mostos frescos de “Uvas Pisqueras” recientemente fermentados”.

Asimismo, otro producto que se puede obtener a partir de las naranjas residuales es la pectina cítrica, aditivo conocido y muy usado en la industria alimentaria. La pectina tiene muchas aplicaciones en la industria alimentaria y farmacéutica en nuestro país, sin embargo, existen muchas empresas importadoras más que productoras de éste insumo. Chasquibol *et al.* (2007) mencionan “que nuestro país no produce a nivel industrial pectina ni sus derivados, por lo que es necesaria su importación para cubrir la demanda de la industria alimentaria y farmacéutica”.

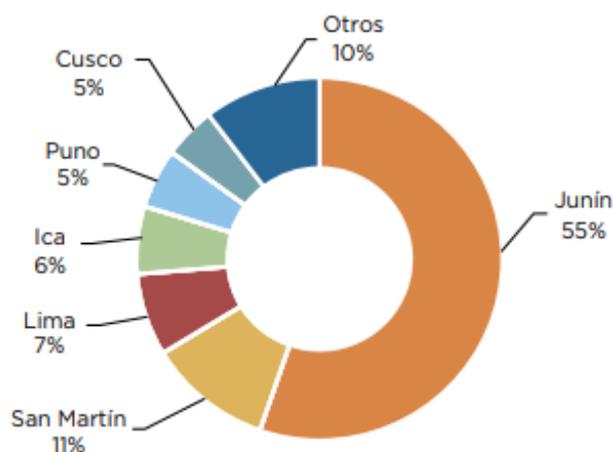
A fin de aprovechar integralmente a la fruta, se pueden utilizar las cáscaras de las naranjas residuales para la producción de aceites esenciales. En el país, este insumo, tiene aplicaciones comunes en la industria alimentaria como olorizante y bactericida en la industria farmacéutica; sin embargo, la comercialización y uso de aceites esenciales artificiales son mayores con respecto a los aceites esenciales naturales.

Por lo tanto, la investigación tuvo el objetivo el aprovechamiento integral de las naranjas residuales “Huando”, cultivadas en el Fundo “Señor de los Milagros” – Valle de Irrigación Santa Rosa (distrito de Sayán, provincia de Huaura), teniendo como objetivos específicos; (1) caracterizar a las naranjas residuales en función de los componentes físicos (porcentaje de cáscara, albedo y jugo extraído) y fisicoquímicos (acidez total, azúcares reductores, °Brix, pH del jugo extraído y humedad de las cáscaras), (2) determinar el rendimiento en aguardiente (destilado alcohólico) obtenido a partir del jugo, el rendimiento en aceite esencial a partir de las cáscaras y el rendimiento en pectina a partir del bagazo y (3) plantear un flujo de operaciones para el aprovechamiento integral las naranjas residuales y realizar el balance de masa.

## II. REVISIÓN DE LITERATURA

### 2.1 PRODUCCIÓN NACIONAL DE NARANJAS

De acuerdo al Ministerio de Agricultura y Riego (MINAGRI, 2017), la producción nacional de naranjas fue 492 000 t. Así pues, la principal región productora en el año 2016 fue Junín, con 55 por ciento (%) de la producción nacional, le siguieron San Martín (11%), Lima (7%), Ica (6%), Puno (5%) y Cusco (5%).



**Figura 1: Principales regiones productoras de Naranjas (2016).**

FUENTE: Tomado de (Ministerio de Agricultura y Riego [MINAGRI], 2017).

El rendimiento promedio nacional por hectárea de naranjas fue de 16 t/ha. Sin embargo, la región Lima presenta el mayor rendimiento por hectárea de todas las provincias, dicha producción de naranjas fue de 35 t/ha. Asimismo, otra región con rendimiento superior al promedio nacional, es la región Ica, con 28 t/ha (Ministerio de Agricultura y Riego [MINAGRI], 2017).

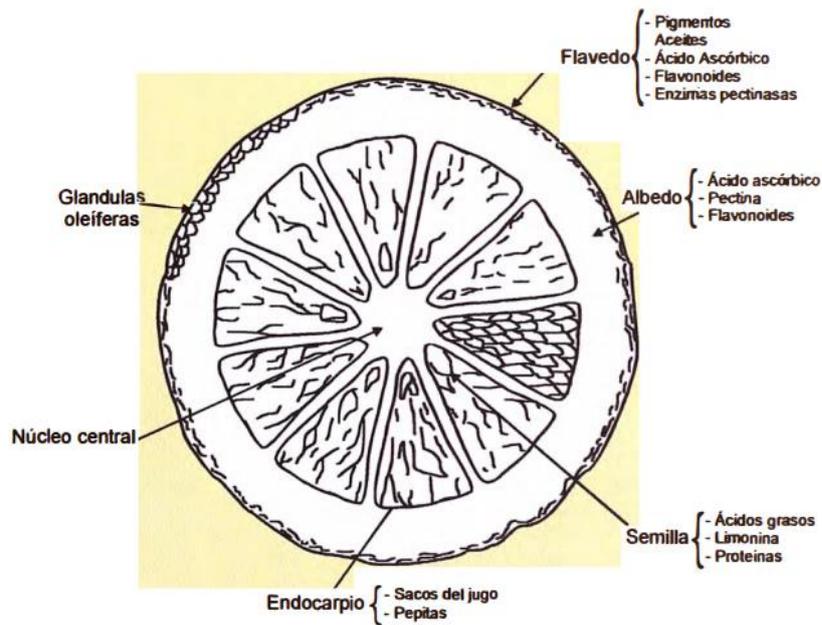
En cuanto al porcentaje de naranjas residuales, el Servicio Nacional de Sanidad Agraria (SENASA) y el Ministerio de agricultura y Riego (MINAGRI), no poseen estadísticas sobre la cantidad de naranjas residuales producidas por hectárea en el País. Sin embargo, los agricultores de Valle de Irrigación Santa Rosa, distrito de Sayán, en Lima región, reportaron 10 t de residuos de naranjas (con rajaduras, magulladas o con alto índice de madurez) por hectárea en el año 2018.

## 2.2 COMPOSICIÓN DE LA NARANJA

Las rajaduras o aberturas de las naranjas residuales para el presente trabajo académico están a nivel del flavedo o albedo e inocuas para la salud. Asimismo, la Norma Técnica Peruana 011.023 (NTP, 2014) clasifica a este tipo de daño o defecto de la naranja que tienen grietas y roturas del albedo, y una piel de aspecto rugoso, como *creasing* o “clareta”.

A pesar de estos defectos, la estructura interna de la naranja “residual” no difiere de las naranjas sanas; de acuerdo a la Figura 1, mostrada por Vivanco (2002), las naranjas presentan tres partes o capas bien diferenciadas que se detallan a continuación:

- **Flavedo o Epicarpio (Exocarpio):** Consiste en una capa rica en cromoplastos que contiene a numerosos sacos de aceite esencial y pigmentos. Estos carotenoides, dan su color amarillo o anaranjado al fruto.
- **Albedo (Mesocarpio):** Es una capa de tejido de color blanco, esponjoso. Constituye la mayor parte de la corteza y forma el corazón o eje central del fruto. El albedo es rico en flavonoides y pectina.
- **Endocarpio:** Constituye la principal posición comestible de la fruta. Está formada por segmentos (gajos), distribuidos alrededor de un corazón o eje central. Los principales azúcares que predominan son la glucosa (63%), la fructosa (20%) y la sacarosa (16%), principalmente.



**Figura 2: Anatomía de la naranja.**

FUENTE: Tomado de Vivanco (2002).

Del estudio de la composición de la naranja se desprende que, al ser un fruto carnoso, tiene un elevado contenido en agua con más del 85 por ciento de la parte comestible. El 15 por ciento restante correspondiente a la materia seca, aproximadamente el 10 por ciento está constituido por azúcares (principalmente sacarosa y azúcares reductores directos), 1 por ciento por ácidos orgánicos, 1 por ciento por sustancias nitrogenadas, 0.3 por ciento por lípidos y 0.35 por ciento por cenizas Guardiola (como se citó en Hours *et al.*, 2005). Asimismo, la composición química de los cítricos residuales depende de muchos factores como, por ejemplo: la variedad del cítrico, la fracción de la fruta, el estado de madurez, la procedencia geográfica y el sistema empleado para la extracción del jugo (Lodoño *et al.*, 2011).

Los componentes principales de los desechos secos de la cáscara de cítricos como la naranja incluyen azúcares (23%), celulosa (22%), pectina (25%), hemicelulosa (11%), flavonoides (4.5%) y hasta 4 por ciento de aceite esencial, a menudo denominado aceite esencial de cítricos (Marin *et al.*, como se citó en Bustamante *et al.*, 2016).

La siguiente Tabla 1 muestra los componentes químicos que se pueden extraer de las diferentes partes de la naranja.

**Tabla 1: Componentes químicos presente en la naranja**

Parte de la Naranja	Componentes químicos
Flavedo	Cera, carotenoides y aceites esenciales
Albedo	Pectina, flavonoides, celulosa, hemicelulosa, trazas de lignina*
Endocarpio	Azúcares, ácidos orgánicos, vitaminas
Semilla	Limonoides, ácidos grasos
Eje central y septas	Pectina

FUENTE: Tomado de Lodoño *et al.* (2011) y \* Ioan y Mustata (2011).

Cerrón y Cardona (2011) mencionan que la pectina y el aceite esencial se encuentran en gran proporción en la cáscara de naranja, otros autores como Ioan y Mustata (2011) encontraron también celulosa, hemicelulosa y trazas de lignina en mayor cantidad en el albedo de una cáscara de naranja con 10 por ciento de humedad. Asimismo, en el jugo o zumo se encuentra la cantidad de azúcares reductores y totales necesarios para la fermentación (Hours *et al.*, 2005). La Tabla 2 muestra los valores aproximados reportados por los autores.

**Tabla 2: Composición fisicoquímica de la cáscara y jugo de naranja W. Navel**

Parámetro	Valor de cáscaras <sup>(a)</sup>	Valor de pulpa <sup>(b)</sup>
Sólidos Solubles (° Brix)	7.1±1.2	10.61±0.68
pH	3.93±0.03	3.61±0.26
Total de acidez (g de ácido cítrico/100 mL)	0.29±0.03	0.58±0.20
Humedad %	85.9±1.6	N.R.
Grasa % (DM)	1.55±0.17	N.R.
Ceniza % (DM)	3.29±0.19	N.R.
Proteína % (DM)	6.16±0.23	N.R.
Carbohidratos % (DM)	89.0±1.1	N.R.
Azúcares Neutrales	3.8±0.3	N.R.
Ácido urónico	7.1±0.9	N.R.
Lignina	3.2±0.4	N.R.
Pectina % (DM)	17±5	0.27 (d)

«continuación»

Aceites esenciales (%)	0.20±0.01 <sup>(c)</sup>	----
Rendimiento de jugo (%)	----	47.04
Azúcares reductores (g/ 100 ml)	----	3.88±0.82
Azúcares totales (g/ 100 ml)	----	7.30±0.64

\*DM, materia seca

\*\*N.R., no reportado por el autor

FUENTE: <sup>(a)</sup> Cerrón y Cardona (2011); <sup>(b)</sup> Hours *et al.* (2005); <sup>(c)</sup> Rueda *et al.* (2007) y <sup>(d)</sup> Schwan *et al.* (2013).

### 2.3 PARÁMETROS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE LA NARANJA

Las naranjas *Washington Navel* cultivadas en el Valle de Irrigación Santa Rosa, distrito de Sayán, provincia de Huaura fueron caracterizadas en función a los parámetros de cantidad de azúcares reductores y totales, acidez titulable, sólidos solubles, pH y rendimiento de jugo. Asimismo, estos parámetros son indicadores para el estado de madurez de frutas cítricas.

Obenland *et al.* (2009) mencionan que, los principales parámetros indicadores del estado de madurez de las naranjas Navel son el color externo, el porcentaje de jugo, la concentración de sólidos solubles (SSC) y la acidez titulable (TA). La relación (SSC / TA), conocida como ratio o índice de madurez es de 8:1 actualmente para determinar la aceptabilidad por parte del consumidor y es la base para el estándar de madurez mínimo. Además, Khalil (como se cito en Rehman *et al.*, 1983) mencionan que, las proporciones de grado Brix/acidez (°Brix/% ácido cítrico) y azúcares/ácido ascórbico se incrementan con la maduración. Finalmente, otros autores utilizaron la variedad de naranja Huando (*W. Navel*), con un índice de madurez (°Brix/% acidez) de 12 del jugo extraído, para la obtención de un fermentado alcohólico (Ferreya *et al.*, 2009).

Sin embargo, una variedad industrialmente ideal tendría un porcentaje elevado de zumo, con un elevado porcentaje de sólidos solubles (azúcar), baja acidez, fuerte coloración y un periodo de utilización largo. Asimismo, las variedades que ahora se industrializan alcanzan rendimientos en zumos que pueden alcanzar hasta el 40 por ciento y un contenido en sólidos solubles, del orden de 10.5-12.0 °Brix (Jordán, 1999). El cual está por debajo de lo ideal con respecto al rendimiento de zumos, pero dentro del rango de °Brix.

Uno de los principales factores para determinar el momento de cosecha es el nivel de azúcar. Serra (como se cito en Domenech 2006), afirma que la acumulación de azúcares es el fenómeno más importante de la maduración, no sólo porque del azúcar deriva el alcohol, sino porque además es el punto de partida de muchos otros compuestos. La relación azúcares reductores/azúcares totales es aproximadamente 1:2, tal como lo indica la bibliografía para las naranjas de Florida, Texas y México y las Navel Californianas (Ashurst, como se cito en Hours *et al.*, 2005). La mayor influencia en el proceso de fermentación son los azúcares totales como fuente de carbono y energía para las levaduras; y la acidez del medio para el desarrollo de las mismas (Hours *et al.*, 2005).

La acidez titulable es expresada como porcentaje (%) de ácido cítrico anhidro, el cual disminuye con en el transcurso de las semanas durante el periodo de la maduración (Hours *et al.*, 2005). Asimismo, existe una correlación de la acidez con el índice de sabor ácido (ISA), y se puede agrupar en un tercer componente para explicar estadísticamente el 82.4 por ciento de los parámetros fisicoquímicos y sensoriales para la caracterización de la naranja *W. Navel* (Schvab *et at.*, 2013).

Los sólidos solubles expresados en grados Brix (°Brix), establece que los jugos de naranjas deberán presentar un mínimo de 11 °Brix corregidos (Hours *et al.*, 2005) para resultar comercialmente atractivo. Además, los azúcares totales comprenden en un rango de porcentaje entre el 80 por ciento y 90 por ciento de los sólidos solubles (Kimball, como se cito en Hours *et al.*, 2005).

#### **2.4 COMPONENTES VOLÁTILES CARACTERÍSTICOS DE NARANJA**

En la corteza o cáscara de naranja los componentes mayoritarios o más importantes son de naturaleza terpénica (en su mayoría monoterpenos) y aldehídos. El componente más abundante por un largo margen y a un alto nivel para un solo elemento es el limoneno (monoterpeno) (Jordán, 1999). Además, dicha concentración oscila entre el 83 por ciento y el 79 por ciento del total de los volátiles (Ikeda *et al.*, como se cito en Jordán, 1999).

El linalol (monoterpeno) también aparece a una elevada concentración, siendo considerado como uno de los componentes que definen la calidad de la corteza de la naranja. También el mirceno ha sido considerado como componente habitual en la misma. Aunque el citral es un compuesto característico en el limón, es un componente minoritario de la naranja (Jordán, 1999).

## 2.4.1 COMPONENTES VOLÁTILES PRESENTES EN LA CÁSCARA DE NARANJA

### • ACEITE ESENCIAL DE LA CÁSCARA DE NARANJA

En el mundo, los principales aceites esenciales de cítricos comercializados son el de naranja (28 000 t en 2001) y limón (6510 t en 2002). El precio del aceite de naranja crudo o *Single Fold* puede estar entre 0.7-3.3 dólares americanos por kilogramo (\$USD/kg) (Lodoño *et al.*, 2011). Sin embargo, a un aceite esencial crudo se le pueden agregar valor a medida que su calidad o pureza aumenta, y esto se logra no solo desterpenando, sino mediante otros procesos físico-químicos como el desencerado, la decoloración, la filtración y estandarización en caso de los cítricos. Por ello, el precio de aceite esencial de naranja desterpenizado en su totalidad (*Ten Fold* o *10X*) puede costar 75 dólares americanos por kilogramo (\$USD/kg), y cuyo valor se podría triplicar si son descerados y aumentan su vida útil (Biocomercio sostenible, 2013).

El aceite esencial de naranja se encuentra principalmente en sacos de forma ovalada en el flavedo o en la porción anaranjada de la cáscara. Según Cerrón y Cardona (2011), el aceite esencial contenido en el flavedo varía en un rango de 0.5 a 3 kg/t de naranja y Senit *et al.* (2019) mencionan que se pueden obtener hasta 20 kg de aceite esencial por tonelada cáscaras de naranjas secas. Asimismo, el mayor componente de este aceite esencial es el limoneno, según Bustamante *et al.* (2016) está en rango de 90- 95 por ciento de la masa total del aceite esencial. La composición química se detalla en la siguiente tabla:

**Tabla 3: Composición química del aceite esencial de cáscaras de naranja**

Compuesto	Composición (%)	(%) Literatura	Clasificación
Limoneno	96.62	94.00	Monoterpeno
$\beta$ -myrceno	1.72	1.18	Monoterperno
$\beta$ - pineno	0.53	-	Monoterperno
$\alpha$ - pineno	0.47	0.54	Monoterpeno
Alcohol isopropílico	0.32	-	Alcohol
Citral- Z	0.15	0.09	Aldehído
Citral- E	0.18	0.14	Aldehído

FUENTE: Tomado de Cerrón y Cardona (2011).

- **DIVERSIDAD DE RENDIMIENTOS**

Un problema común en la producción de los aceites esenciales radica en la diversidad de los rendimientos obtenidos para una misma materia prima. Esto se debe al nivel de producción, al tipo de hidroddestilador usado, a las condiciones de cultivo, variedad de la naranja, las condiciones térmicas del vapor usado, el contenido de agua en la planta y a otros factores adicionales. Este hecho genera que sea complicado elegir apropiadamente una materia prima para su industrialización, basándose exclusivamente en pocas pruebas, y en mantener un rendimiento óptimo y una calidad permanente de los aceites obtenidos. Por ello, se suele recomendar un conjunto de pruebas de arrastre con vapor experimentales, confiables y reproducibles, a escala banco o piloto, para conocer el rendimiento real de una materia prima (Cerpa, 2007).

En la siguiente Tabla 4, se muestra diversos rendimientos según el método de extracción o tecnología utilizada y diversas condiciones y parámetros utilizados por otros autores (Senit *et al.*, 2019).

**Tabla 4: Resumen de los rendimientos de extracción de aceites esenciales a partir de residuos de cáscaras de naranja secas (OPW)**

Método de extracción o Tecnología	Agente extractor	Condiciones de extracción	Rendimiento* en b.s. (P/p)	Fuente
Hidroddestilación (HD)	H <sub>2</sub> O	200 g de OPW, 3 litros H <sub>2</sub> O, t=240 min	0.20%	Allaf <i>et al.</i>
Calentamiento y caída repentina de presión (DIC)	Vapor de H <sub>2</sub> O	$\Delta P=5-1000$ kPa, t=4-20 s, 2-3 ciclos	1.66%	(2013).
Hidroddestilación (HD)	H <sub>2</sub> O	100 g de OPW, 1 litro H <sub>2</sub> O, t= 240 min Primer ciclo: Po= 982 W,	1.80%	Bustamante <i>et al.</i>
Microondas (MW-HD)	H <sub>2</sub> O	P= 0.5 atm, t=5 min Segundo ciclo= Po= 250 W, P= 0.5 atm, t=30 min	2.06%	(2016).

«continuación»

---

Acetona a 25 °C	Acetona	100 g de OPW, 600 MI acetona, 25 °C	
Hidrodestilación (HD)	H <sub>2</sub> O	T=300 min	2.10%

---

\* (Base seca = b.s.)

## • APLICACIONES

Para Günther (como se citó en Cortez, 1973), los aceites esenciales obtenidos de la corteza de los frutos cítricos, o destilados de sus flores u hojas, han tenido gran importancia como agentes saborizantes para todo tipo de bebidas alcohólicas y no alcohólicas, panadería, caramelos, pudines, gelatinas, gomas, chicles y en la farmacia. También son usados en perfumería, como deodorizadores, para cosméticos y para la fragancia de jabones.

Los aceites esenciales de naranja se usan como ingredientes en la industria en pastas dentífricas, champús, cremas, desinfectantes o desodorantes, así como en la aromaterapia para perfumes, lociones y aromatizadores. De igual manera, en la industria alimentaria las aplicaciones son para salsas, confitería, bebidas alcohólicas, gaseosas, entre otros. Los aceites preparados para la industria farmacéutica se emplean tanto como aromatizantes, enmascaradores de olores, fijadores y principios activos. Para la agricultura orgánica se utilizan como ingredientes en mezclas de biorreguladores, bioinsecticidas y, en general, como alelo químicos (Stashenko, 2009).

### 2.4.2 COMPONENTES VOLÁTILES PRESENTES EN EL ZUMO DE NARANJA

Con respecto al jugo o zumo, Attaway y Oberbacher (como se citó en Jordán, 1999) estudiaron los compuestos que contribuyen al aroma de la naranja. Las emanaciones de los frutos fueron estudiadas durante un periodo de almacenamiento tras la extracción, concentración y análisis mediante cromatografía gas-líquido y espectrometría de masas, llegando a detectar seis componentes mayoritarios (acetato de etilo, butirato de etilo, etanol, limoneno, caproato de etilo y caprilato de etilo).

En estudios posteriores realizados por Jordán (1999), los componentes volátiles obtenidos de la pulpa y del suero fueron identificados mediante cromatografía gaseosa, destacando que en el zumo de naranja la mayoría de los hidrocarburos están asociados con

la pulpa. Por otro lado, los compuestos oxigenados estén más relacionados con el suero; este tipo de compuestos están considerados como los principales constituyentes del aroma del jugo de naranja. Del procesado se especifica esta etapa, en la que el zumo tras la centrifugación queda desdoblado en dos fracciones, una la pulpa fina y otra el zumo con un contenido en pulpa inferior al 3 por ciento, pudiendo ser este considerado a nivel técnico como suero. La siguiente tabla muestra los componentes volátiles (hidrocarburos y compuestos oxigenados) del flavor, obtenidos mediante un análisis cromatográfico.

**Tabla 5: Distribución de los componentes volátiles del flavor en el zumo de naranja**

Componentes	Porcentaje de Distribución (%)	
	Pulpa	Suero
Pentanal	0.0	100.0
Hexanal	0.0	100.0
Heptanal	0.0	100.0
Octanal	16.8	83.2
Nonanal	42.7	57.3
Decanal	78.0	22.0
Butanoato de etilo	2.1	97.9
Pentanoato de etilo	3.6	96.4
Hexanoato de etilo	9.9	90.1
Heptanoato de etilo	32.0	68.0
Octanoato de etilo	65.3	34.7
Decanoato de etilo	82.3	17.7
1-Pentanol	2.0	98.0
1-Hexanol	2.6	97.4
1-Heptanol	5.5	94.5
1-Octanol	17.2	82.8
1-Nonanol	44.8	55.2
1-Decanol	75.0	25.0
$\gamma$ -Valerolactona	1.9	98.1
$\gamma$ -Hexalactona	3.2	96.8
$\gamma$ -Heptalactona	2.3	97.7

«continuación»

$\gamma$ -Octalactona	3.6	96.4
$\gamma$ -Nonalactona	6.3	93.7
$\gamma$ -Decalactona	12.7	87.3

FUENTE: Tomado de Radford *et al.* (como se citó en Jordán 1999).

Según Belancic y Agosín (2002), los terpenos son los compuestos de principal importancia y responsabilidad del aroma varietal en una bebida espirituosa, el cual puede provenir de sustancia olorosas presentes en la uva de forma libre, unidas a glucósidos bajo formas no olorosas (representando aroma potencial) o precursores volátiles que pueden derivarse en compuestos olorosos de notas características.

## **2.5 COMPUESTOS AROMÁTICOS EN UN DESTILADO ALCOHÓLICO A PARTIR DE NARANJA**

Según Belancic y Agosín (2002), los aromas provenientes de la fermentación se denominan aromas secundarios. Schwan *et al.* (2013) mencionan que otros aromas en el proceso de destilación se concentran en las fracciones de cabeza, cuerpo y cola; los cuales están conformados de un gran número de alcoholes superiores, etanol, ésteres, ácidos volátiles, aldehídos y cetonas, y han sido sintetizados por reacciones químicas, enzimáticas y térmicas. Sin embargo, el etanol se encuentra en mayor cantidad en estas bebidas espirituosas y “todos los alcoholes” se forman durante la etapa de fermentación (Gibson y Newsham, 2018).

A continuación, se describen los compuestos aromáticos formados en durante el proceso de obtención del destilado alcohólico: maceración, fermentación y destilación propiamente dicho.

### **2.5.1 MACERACIÓN O PRE-FERMENTO**

El componente que se forma al inicio de la fermentación o pre-fermento (metanol), proviene de la desmetilación enzimática de la pectina (Belancic y Agosín, 2002). Dada a su importancia en la composición del destilado, se describe a continuación:

- **METANOL**

Es el alcohol mayoritario encontrado en este tipo de bebidas espirituosas después del etanol. No tiene importancia en el aroma final, pero sí desde un punto de vista sanitario debido a su toxicidad. Se forma antes de la fermentación por acción de una enzima, la pectino metilesterasa (PME), sobre las pectinas presentes en las pieles (en mayor proporción), pulpa y partes sólidas de los frutos, que, por hidrólisis de las mismas, liberan metanol y ácido péctico (Lamiable *et al.*, 2004). Asimismo, durante el destilado, se encuentra en concentraciones más altas en los cortes de cabeza y cola; mientras está presente en concentraciones más bajas en el corte del corazón (o fracción media) (Gibson y Newsham, 2018).

### **2.5.2 FERMENTACIÓN**

Vidal (como se citó en Cussianovich, 2016), menciona que para este proceso suele ser satisfactoria una concentración de azúcar del 10 al 18 por ciento (usualmente 12). Aunque a veces se emplean concentraciones demasiado altas, éstas actúan adversamente sobre la levadura, pues el alcohol producido puede inhibir su acción, y en consecuencia se prolonga el tiempo de fermentación y puede no transformarse parte del azúcar. Otro factor importante es el control de la temperatura, pues influirá determinadamente en la velocidad de fermentación. Se inocula el hidrolizado a una temperatura de 15 °C a 25 °C, generalmente de 20 °C a 25 °C. Durante este proceso se forman los siguientes compuestos que se describen a continuación:

- **ETANOL**

La fermentación alcohólica es llevada a cabo mayoritariamente por levaduras, la mayoría de las cuales son del género *Saccharomyces*. Estas levaduras degradan, gracias a sus enzimas, los azúcares fermentables de la uva, la glucosa y la fructosa, para producir etanol y gas carbónico. La levadura utiliza igualmente un 8 por ciento (aproximadamente) de los azúcares fermentables, para formar a través de la fermentación glicero-pirúvica, esencialmente glicerol (aproximadamente 8 g/L) y ácido pirúvico, pero este último a continuación transformado en varios metabolitos secundarios como: 2,3-butanodiol, etanal, acetoina, ácidos acético, láctico, succínico y citamálico (Flanzy, 2000).

Schwan *et al.* (2013) evaluaron la evolución de los componentes compuestos orgánicos durante la fermentación en 24 horas del jugo de naranja, mediante los métodos de Cromatografía líquida de alta eficiencia (HPLC) y de gases (GC) y determinaron que la mayor concentración fue etanol, tal como se muestra en la siguiente tabla:

**Tabla 6: Evolución de los compuestos orgánicos determinados por HPLC y GC al inicio y en 24 horas de fermentación del jugo de naranja**

Componente	Jugo de naranja	Fermentado de naranja
	0 h	24 h
Ácido cítrico (g/l)	9.72±0.10	8.55±0.40
Ácido málico (g/l)	4.43±0.00	0.92±0.27
Ácido succínico (g/l)	0.49±0.01	2.76±0.05
Ácido propiónico (g/l)	0.27±0.00	0.43±0.09
Glucosa (g/l)	57.81±0.72	8.07±0.59
Sacarosa (g/l)	2.68±0.21	0.31±0.16
Fructosa (g/l)	56.25±1.47	1.48±1.08
Etanol (g/l)	8.42±0.67	58.13±1.97
Glicerol (g/l)	0.86±0.07	5.45±0.12
Acetaldehído (mg/l)	129.94±2.69	45.54±2.00
Acetato de etilo (mg/l)	124.31±7.15	134.75±2.27
Alcohol isoamílico (mg /l)	16.52±1.15	31.39±7.29
Acetato de fenilo (mg /l)	13.25±3.35	12.45±2.60
2-feniletanol (mg /l)	n.d.	62.30±13.12
2,3-butanodiol (mg /l)	320.79±5.60	386.25±2.11
1,2-propanodiol (mg /l)	n.d.	73.19±0.00

n.d., No detectado; ±, Desviación estándar.

FUENTE: Tomado de Schwan *et al.* (2013).

Hours *et al.* (2005) mencionan que es posible la aislación de la levadura *Saccharomyces cerevisiae* en el jugo fermentado de las naranjas Huando, con adecuadas

propiedades enológicas. La siguiente Tabla 7 muestra la importancia de las características del género *Saccharomyces* para el rendimiento de alcohol en el presente trabajo académico.

**Tabla 7: Características tecnológicas de levaduras fermentativas**

	<b>Crecimiento en alcohol</b>	<b>Fermentación de mosto</b>
<i>Kloeckera apiculata</i>	Negativo	Débil
<i>Candida pulcherrima</i>	Débil	Muy débil
<i>Candida guillermondii</i>	Débil	Débil
<i>Candida intermedia</i>	Negativo	Buena
<i>Candida famata</i>	Negativo	Buena
<i>Candida lusitaniae</i>	Negativo	Buena
<i>Saccharomy cerevisiae</i>	Positivo	Muy buena

FUENTE: Tomado de Hours *et al.* (2005).

- **ALCOHOLES SUPERIORES**

Para Piñero (2005), los alcoholes más abundantes en los destilados de vino son los alcoholes superiores, cuya formación está ligada al metabolismo de los aminoácidos por parte de la levadura durante la fermentación.

Según Valenzuela (2002), los alcoholes superiores tienen un efecto narcótico superior al alcohol etílico; la mayoría de ellos otorgan aromas desagradables al vino y destilados, como aromas alcohólicos, verdes, picantes, ásperos, etc., con excepción del 2-feniletanol que entrega aroma a rosas viejas.

- **ÁCIDOS**

Salazar (2011) indica que, de acuerdo a su origen, se pueden distinguir dos tipos de ácidos: intrínsecos, que proceden de la uva; y fermentativos, que se generan por fermentación alcohólica (por ejemplo, el ácido acético) o maloláctica. El ácido acético se encuentra en los destilados de naranjas (Schwan *et al.*, 2013). Por otro lado, algunos ácidos grasos, producidos por la levadura durante la fermentación alcohólica, son precursores evidentes para la síntesis de los ésteres a producirse durante la fermentación alcohólica (Flanzy, 2000 y Utsunomiya, 1999).

- **ALDEHÍDOS**

Estos compuestos carbonilados, son formados por la levadura mediante la descarboxilación de los ácidos  $\alpha$ -cetónicos presentes a propósito de la biosíntesis de los alcoholes superiores y la mayor concentración dentro del grupo de aldehído corresponde al aldehído etílico, llamado también etanal o acetaldehído. Este compuesto debido a su alta volatilidad, pasa en su totalidad al destilado y lo hace durante la primera fracción, en la "cabeza". Su olor es violento, a veces de gusto metálico. Un exceso de este compuesto se considera negativo para la calidad del destilado (Flanzy, 2000).

- **ÉSTERES**

Los ésteres se forman en el transcurso de la fermentación, en el interior de la célula de levadura, esta formación depende de la disponibilidad de oxígeno durante la fermentación (Mauricio *et al.*, como se citó en Hatta, 2004). Son "cabezas deseables", ya que son responsables de muchas notas "dulces y afrutadas" deseadas. Intensamente oloroso, el éster más comúnmente encontrado en alcoholes alcohólicos es el acetato de etilo, y mientras está en bajas concentraciones, esto puede actuar para "suavizar" los olores intensos. En grandes dosis sin embargo, los ésteres pueden dar a los licores un sabor similar al vinagre. Otros ejemplos son formiato de etilo, etilo butirato y acetato de hexilo (Wiśniewska *et al.*, 2016).

### **2.5.3 DESTILACIÓN**

El objetivo de la destilación es la separación del alcohol y los compuestos aromáticos mediante un aporte controlado de calor, tratando en la medida de lo posible de favorecer la presencia de unos compuestos y eliminar otros (Rodríguez, 2008). Asimismo, la destilación no produce alcohol, ese es el trabajo de la fermentación; en cambio, la destilación simplemente concentra el contenido alcohólico, así como los contenidos de sabor y aroma de una bebida alcohólica (Gibson y Newsham, 2018). El compuesto que se forma durante esta etapa es el siguiente:

- **FURFURAL**

Otro aldehído presente en los destilados, también llamado aldehído piromúxico, inexistente en el vino base, se forma durante la destilación, a partir de los azúcares residuales por acción del calentamiento prolongado y el medio ácido (Alonso, como se citó en

Domenech, 2006). Asimismo, Hatta (2004) menciona que el furfural también se obtiene como producto de la reacción entre los azúcares reductores sobre los prótidos y aminoácidos durante la destilación. El furfural comienza a destilar en la fracción del cuerpo, aumentando en forma paulatina a medida que transcurre la destilación por lo que se le considera un producto de fracción cola.

En conjunto, a todos estos componentes descritos en se les denomina “Congéneres” (compuestos químicos volátiles), a excepción del etanol. Estos, varían significativamente en concentración en función del tipo de bebida y del proceso de fabricación (Francés, como se citó en Gibson y Newsham, 2018).

A continuación se clasifican algunos de esos compuestos que se pueden encontrar en la cabeza, el corazón (cuerpo del destilado) y la Cola de ciertos destilados de naranja. Esta es una lista muy general ya que todos los destilados variarán en términos de congéneres presentes, su calidad y cantidad (Wiśniewska *et al.*, 2016).

**Tabla 8: Componentes “Congéneres” y etanol obtenidos en altas concentraciones en la cabeza, cuerpo y cola del destilado de frutas**

FRACCIÓN DEL DESTILADO		
La Cabeza	El Cuerpo	La Cola
Aldehídos, acetona, ésteres y metanol.	Etanol	Alcohol amílico, 1- propanol, butanol, otros alcoholes superiores (“Fuselol”), ácido acético, metanol, furfural.

FUENTE: Wiśniewska *et al.* (2016).

## 2.6 COMPONENTE NO VOLÁTIL PROVENIENTES DEL BAGAZO DE NARANJA: PECTINA

De acuerdo a Cerrón y Cardona (2011), la pectina es un polímero con cadenas de 300 a 1000 unidades de  $\alpha$ -ácido galacturónico, con un número variado de grupos de metiléster. Asimismo, las pectinas se clasifican según su grado de esterificación como de alto o bajo metoxilo. Las primeras son aquellas en las que aparecen metiladas más del 50 por ciento de los grupos carboxílicos, forman geles con soluciones ricas en azúcar (60-70%) y con un pH entre 2.8-3.5. Las pectinas de bajo metoxilo se encuentran con menos del 50 por ciento de los grupos carboxilo metilados y los geles se forman por entrecruzamiento de los iones de

calcio y no tienen una dependencia fuerte del azúcar, pero sí de la temperatura, la formación del gel se da en un pH de 3.1-3.5.

Tovar *et al.* (2019) utilizaron una muestra de cáscaras de naranjas (secadas a 95 °C por un tiempo de 2 horas) y obtuvieron 29.37 por ciento de rendimiento más alto de pectina reportado bajo los siguientes parámetros; relación de materia prima solvente 1:6 (peso cáscaras secas: solución H<sub>3</sub>P0<sub>4</sub>), pH de 1.6, concentración de H<sub>3</sub>P0<sub>4</sub> de 0.6 M, tiempo de extracción de 2 horas y temperatura de impregnación de 95 °C. Además, aprovecharon el resultante para la obtención de carbón activado.

Otros rendimientos obtenidos de pectina de alto metoxilo por diversos métodos de extracción y autores, se muestran en la siguiente Tabla 9.

**Tabla 9: Resumen de las condiciones de extracción para cáscaras de naranja**

Método de extracción	Agente extractor	Condiciones de extracción				Rendimiento *en b.s. (%)	Fuente
		Tiempo (h)	Temperatura (°C)	pH	Ratio (l:w)		
Hidrólisis ácida	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>6</sub> (0.1% w)	0.5	45	-	-	0.98%	Berger y Ramírez, (2011).**
Hidrólisis ácida	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub>	0.5	90–97	2.5	-	17.75%	Spohr <i>et al.</i> (2015).**
Microondas	H <sub>2</sub> O	0.25	150	2	100:8 .2	1.6%	Liu <i>et al.</i> (2006).**
Hidrólisis ácida	HCl (0.5 M)	1.5	80–82	1	50:1	15.47%	Guo <i>et al.</i> (2012).**
Hidrólisis ácida	HCl (0.1 M)	2	95	1.6	6:1	29.37%	Tovar <i>et al.</i> (2019).

\* (b.s.= Base seca)

\*\* Citados por Tovar *et al.* (2019).

### **2.6.1 CONTENIDO DE METOXILO RELACIONADO CON EL GRADO DE ESTERIFICACIÓN (GE)**

Los grupos carboxilos de las unidades del ácido galacturónico están parcialmente esterificados (unión éster) por metanol, lo cual define el contenido de metoxilo en una pectina dependiendo de la fuente y el modo de extracción. El grado de esterificación (GE) está definido por la relación de residuos de ácido galacturónico metilesterificados con el total de unidades de ácido galacturónico presentes en la muestra de pectina. Teóricamente, una pectina puede tener un contenido de metoxilo del 16 por ciento, pero en la práctica se han encontrado que contiene alrededor del 14 por ciento. Por esta razón se ha fijado el 7 por ciento de contenido de metoxilo (50% de esterificación con metanol) como la línea divisoria para diferenciar las categorías de pectina sobre la base del contenido de metoxilo (Ferreira, 2007).

Lodoño *et al.* (2011) menciona que, según el grado de esterificación, las pectinas se clasifican como de alto o bajo metoxilo:

- **LAS PECTINAS DE BAJO METOXILO (LMP, *Low Methoxyl Pectins*)**

Presentan esterificación menor del 50 por ciento (equivalente al 7% de grado de esterificación) y gelifican solamente con presencia de iones calcio. Algunas veces aparecen grupos amidados luego de los procesos industriales de desmetilación en medio amoniacal. Asimismo, algunas de las aplicaciones en la industria alimentaria se vienen dando en el campo de la tecnología de alimentos, como por ejemplos; el encapsulado de bacterias del género *Bifidobacterium*, para potenciar los efectos de estos microorganismo en la calidad del yogurt (Li *et al.*, 2018) y en la fuerza de gelificación con iones calcio ( $\text{Ca}^{+2}$ ) para la industria alimentaria que requiere diversas concentraciones del gel (Han *et al.*, 2017).

- **LAS PECTINAS DE ALTO METOXILO (HMP, *High Methoxyl Pectins*)**

Poseen grupos carboxilo esterificados en más del 50 por ciento. Este grado de esterificación determinará el comportamiento de las pectinas en la gelificación, de tal manera que se requiere una concentración mínima de sólidos solubles y un valor de pH que oscila en un rango relativamente estrecho. Senit *et al.* (2019) obtuvieron pectinas con > 70 por ciento de grado de metilación y un rendimiento de 19.62 por ciento de pectina en base seca (P/p) al optimizar la hidrólisis ácida. Asimismo, Arab *et al.* (2019) microencapsularon

cantaxantina microbiana con alginato y pectina de este tipo para evaluar de las propiedades de liberación en condiciones neutras y ácidas de este carotenoide y obtuvieron resultados favorables de liberación en leche y productos lácteos fermentados, respectivamente.

Las pectinas de alto metoxilo (HMP) pueden encontrarse en el mercado de tres tipos, de acuerdo a lo mencionado en la Tabla 10.

**Tabla 10: Relación del grado de esterificación (GE) con la rapidez de gelificación**

Gelificación de la pectina	Porcentaje esterificación (GE)
Lenta	60–67
Media	68–70
Rápida	71–76

FUENTE: Lodoño *et al.* (2011).

### 2.6.2 GRADO DE GEL

El poder gelificante de la pectina se expresa en grados SAG (grado de gel). Estos grados se definen como “el número de gramos de sacarosa que en una solución acuosa de 65 °Brix y un valor de pH 3.2, son gelificados por un gramo de pectina, obteniéndose un gel de una consistencia determinada” (Lodoño *et al.*, 2011).

### 2.6.3 APLICACIONES DE LA PECTINA

Según Catacora y Azola (1995), el uso de la pectina se realiza en dos industrias principalmente: Industria Alimentaria; en la fabricación de jaleas (gelatinas) y conservas, como espesante en la mayonesa, en la precipitación de la caseína de la leche, como estabilizador en los sorbetes, preparación de jugos como estabilizantes y otros. Y en la Industria farmacéutica; Como coagulante sanguíneo, emulsificante de preparados farmacéuticos, como antídoto en intoxicaciones con metales pesados, preparación de medios de cultivo bacteriológico y como agente suspensor, fabricación de cosméticos y otros.

## 2.7 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN

### 2.7.1 PRINCIPALES MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE ACEITES ESENCIALES

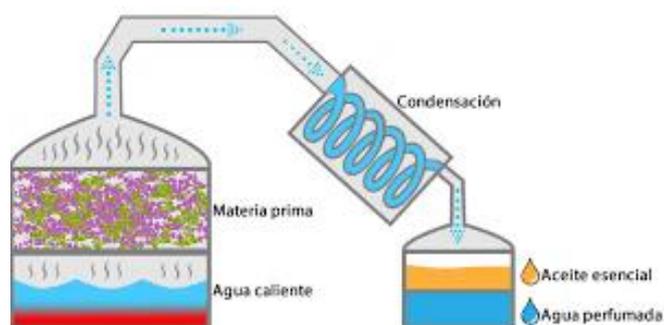
La tecnología utilizada para la extracción industrial de aceites esenciales, se encuentra ligada de cierta forma a la de extracción de zumo. Según Di Giacomo y Mincione (1994) el tratamiento del fruto completo o método de “raspadura” se considera idóneo, para la transformación en continuo de grandes cantidades de naranja, mientras que el proceso de “*sfumatura*” o método Esfumadurase prefiere en empresas de tipo medio o artesanales especializadas en producir aceites esenciales de calidad “exquisita”.

Asimismo, Di Giacomo y Mincione (1994) mencionan que en el método de “*sfumatura*” se actúa sobre la corteza una vez se ha extraído el zumo, presionándola y comprimiéndola repetidamente para lograr la salida del aceite esencial contenida en los sacos odoríferos de las cáscaras, que es arrastrado por una fina lluvia de agua, dispuesta oportunamente en el interior de la máquina.

Por otro lado, la denominación del método destilación por arrastre de vapor, extracción por arrastre, hidrodestilación, hidrodifusión o hidroextracción, dependerá de la interacción directa o indirecta de la materia prima y vapor de agua (Cerpa, 2007). Es así que, cuando se usa vapor saturado o sobrecalentado, fuera del equipo principal, es llamado “destilación por arrastre de vapor” (Günther, como se citó en Cerpa, 2007). Sin embargo, cuando se usa vapor saturado, pero la materia prima está en contacto íntimo con el agua generadora del vapor, se le llama “hidrodestilación” (Günther, como se citó en Cerpa, 2007). Asimismo, cuando se usa vapor saturado, pero la materia no está en contacto con el agua generadora, sino con un reflujo del condensado formado en el interior del destilador y se asumía que el agua era un agente extractor, se le denomina “hidroextracción” (Palomino y Cerpa, como se citó en Cerpa, 2007).

La “Destilación por arrastre con vapor” (Figura 3) que se emplea para extraer la mayoría de los aceites esenciales es una destilación de mezcla de dos líquidos inmiscibles y consiste en una vaporización a temperaturas inferiores a las de ebullición de cada uno de los componentes volátiles por efecto de una corriente directa de vapor de agua, el cual ejerce la doble función de calentar la mezcla hasta su punto de ebullición y adicionar tensión de vapor a la de los componentes volátiles del aceite esencial; los vapores que salen de la cámara extractora se enfrían en un condensador donde regresan a la fase líquida, los dos productos

inmiscibles, agua y aceite finalmente se separan en un dispositivo decantador o vaso florentino (Bandoni, como se citó en Albarracín y Gallo, 2003).



**Figura 3: Destilación por arrastre de vapor a escala piloto de 50–100 litros de capacidad.**

FUENTE: Tomado de Cerpa (2007).

### **2.7.2 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE PECTINA DE ALTO METOXILO**

Según Catacora y Azola (1995) los principales métodos de extracción de pectina (gelificación rápida) con diferente grado de pureza o grado gel son: Precipitación con acetona; en el cual, la acetona tiene la propiedad de precipitar la pectina; dando una coagulación firme, pero tiene el inconveniente que precipita otras materias no pécticas. Asimismo; la precipitación con sales metálicas; en el cual, las sales comúnmente usadas son: sulfato de cobre y aluminio. Este procedimiento da buen resultado, pero tiene el inconveniente de la remoción posterior del metal. Y finalmente, precipitación con alcohol etílico; el cual, tiene la propiedad de precipitar la pectina directamente de la fuente vegetal. La precipitación de la pectina con alcohol depende de la presencia de electrolitos y del grado de esterificación, según lo mencionan dichos autores.

### **2.7.3 PROCESO PARA LA OBTENCIÓN DE PECTINAS DE BAJO METOXILO**

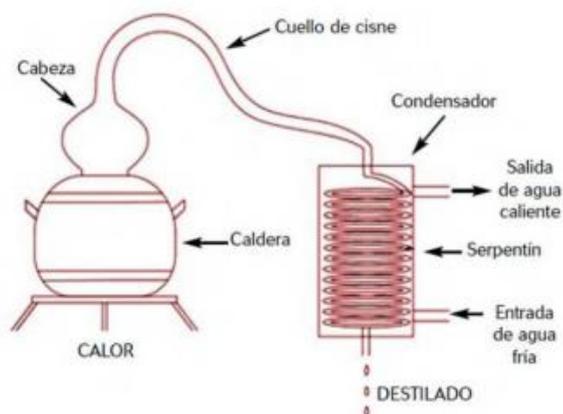
Según Isique (1986), para obtener pectinas de gelificación lenta (bajo metoxilo); se realiza una etapa posterior a la precipitación con alcohol o sales de aluminio, denominada desesterificado. Así, el precipitado péctico se mantiene en una solución de alcohol acidificado. Esta operación involucra una ruptura del éster a 60 °C por medio ácido, o por una base (álcali) o enzimáticamente con una pectinmetilesterasa. Sin embargo, Hua *et al.* (2018) con el método alcalino, y los parámetros de desesterificación pH 12, tiempo de 30 minutos y temperatura de 20 °C obtuvieron pectinas con 6.81 por ciento  $\pm$  1.46 de grado de

metoxilación. Asimismo, la desesterificación con la enzima pectina metilesterasa (PME) al 1.5 por ciento (P/p) y tiempo de 5 horas produjeron 14.67 por ciento  $\pm 0.80$  de grado de metoxilación. Estas pectinas desesterificadas son dependientes del ion  $\text{Ca}^{+2}$  y de pH en un rango de 2-4 para gelificar, según demuestra el estudio realizado.

## 2.8 MÉTODO DE DESTILACIÓN: ALAMBIQUE SIMPLE

Lo componen una olla, paila o caldera donde se calienta el mosto recientemente fermentado, los vapores se elevan a un capitel, cachimba, cabeza o sombrero de moro para luego pasar a través de un conducto llamado "cuello de cisne" llegando finalmente a un serpentín o condensador cubierto por un medio refrigerante, generalmente agua (Figura 4) (Consejo Regulador de la Denominación Origen Pisco, 2011).

El diseño permite la aparición en la cabeza del alambique de fenómenos de reflujo mediante los cuales se condensan los vapores menos volátiles, que retoman a la caldera, y los más volátiles pasan a través del cuello de cisne para condensar en el serpentín. De esta manera se consigue una mejor separación de los compuestos en función de sus puntos de ebullición y un destilado con un mayor contenido en etanol (Rodríguez, 2008).



**Figura 4: Partes de un alambique simple.**

FUENTE: Tomado de Rodríguez (2008).

### **III. MÉTODOLOGÍA**

#### **3.1 LUGAR DE EJECUCIÓN**

El trabajo académico se realizó en el laboratorio de Biotecnología y en la Planta Piloto de Alimentos de la Facultad de Industrias Alimentarias, de la Universidad Nacional Agraria La Molina (UNALM).

#### **3.2 MATERIA PRIMA E INSUMOS**

##### **3.2.1 MATERIA PRIMA**

Naranjas Huando (*var. Washington Navel*) residuales, provenientes del Fundo “Señor de los Milagros” - Irrigación Santa Rosa (distrito de Sayán, provincia de Huaura).

##### **3.2.2 INSUMOS**

- Levadura fresca *Saccharomyces cerevisiae*, (Fleischmann®)
- Fosfato de Amonio o fosfato monoamónico ( $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ), (Biopack®)
- Alcohol etílico 96°, (AGO®)
- Ácido Clorhídrico 37% (E-507, F.C.C.) grado alimentario, (Merck®)
- Sulfato de sodio anhidro ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) p.a., (Merck®)

#### **3.3 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS**

##### **3.3.1 REACTIVOS**

- Hidróxido de sodio (NaOH) p.a., ( J.T. Baker®)
- Fenolftaleína p.a., (Loudwolf®)
- Solución de Fehling A (Solución de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) p.a., (Pflücker®)
- Solución de Fehling B (Solución de  $\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  y NaOH) p.a., (Pflücker®)
- Solución de azul de metileno (Pflücker®)

### 3.3.2 EQUIPOS

- Alambique de cobre
- Evaporador tipo Bola de 50 L (Elettronica Veneta®, SCT04/EV)
- Balanza de precisión (Mettler®, PE 2000)
- Analizador de humedad (OHAUS®, MB 35 Halogen)
- Cocina de metal a gas
- Exprimidor de naranjas automática (Zumex®, QX-2000E-2)
- Filtro prensa (Ebara®, JESM 056)
- Potenciómetro digital de mano (Hanna®, HI 98128)
- Marmita enchaquetada con agitador de 50 litros (Agroindustria S.A.C. ®, M930)
- Molino de martillos con malla 80 (Vulkano®, Capacidad 20 kg)
- Secador de bandejas (Reter®, DRR-200)
- Mostímetro
- Alcoholímetro
- Refractómetro de baja (ATAGO®, 0310474)
- Termómetro
- Agitador magnético

### 3.3.3 MATERIALES

- Material de vidrio diverso: probetas (100 mL y 250 mL), bureta (50 mL), pipeta volumétrica (5 mL y 10 mL), vaso de precipitado, embudo, matraces Erlenmeyer (25 mL y 50 mL), fiolas (100 mL y 250 mL), botellas de vidrio (750 mL) y pera decantación
- Material de plástico: Balde graduado (20 litros), tinas, bidones (20 litros) y coladores
- Manguera automotriz de 1/8" (in.)
- Bandejas de acero inoxidable 1.5 x 1.0 cm
- Sistema de arrastre con vapor: condensador, recipiente a presión, soporte universal

## 3.4 ANÁLISIS FÍSICO-QUÍMICO

- **Azúcares reductores:** Método de Lane-Eynon. Método de la NTP 209.172 (INACAL, 2014).

- **Acidez Titulable:** Método de la NTP 203.070 (INACAL, 2017), usando como solución valorada NaOH 0.1 N y titulante el jugo de naranja residuales.
- **pH:** Método directo, mediante un potenciómetro digital de mano.
- **Densidad:** Método aerométrico, recomendado por Carbonell (1970), utilizando un mostímetro calibrado a 20 °C.
- **Grado alcohólico:** Método del hidrómetro, se siguió el Método Oficial de Análisis 942.06 (AOAC, 2016).
- **Grados Brix:** Método por refractometría; mediante un refractómetro óptico de baja escala.
- **Humedad:** Método infrarrojo, tecnología halógena (OHAUS, 2002).

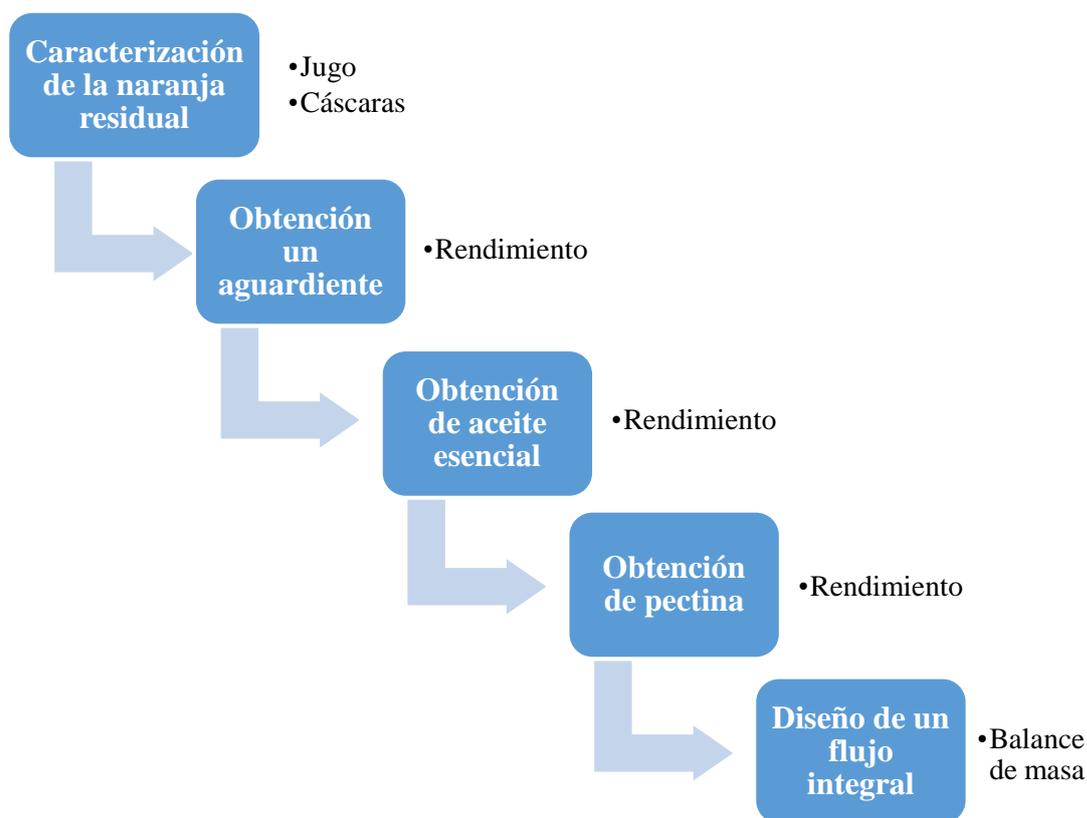
### 3.5 METODOLOGÍA

El trabajo académico consistió en:

- Caracterización del jugo extraído y cáscaras a partir de las naranjas residuales.
- Obtención de un aguardiente a partir del mosto fermentado y determinación de rendimientos.
- Obtención de aceite esencial a partir de las cáscaras y determinación de rendimientos.
- Obtención de pectina a partir del bagazo y cáscaras sin aceite esencial y determinación de rendimientos.
- Diseño de un flujo de operaciones de aprovechamiento integral y su posterior balance de masa general.

Asimismo, se calculó el promedio de tres (03) repeticiones y desviación estándar; y con ello el coeficiente de variación (CV) de los rendimientos del destilado alcohólico, aceites esenciales y pectina.

La Figura 5 muestra a secuencia de la metodología para el aprovechamiento integral de las naranjas *Washington Navel* residuales.



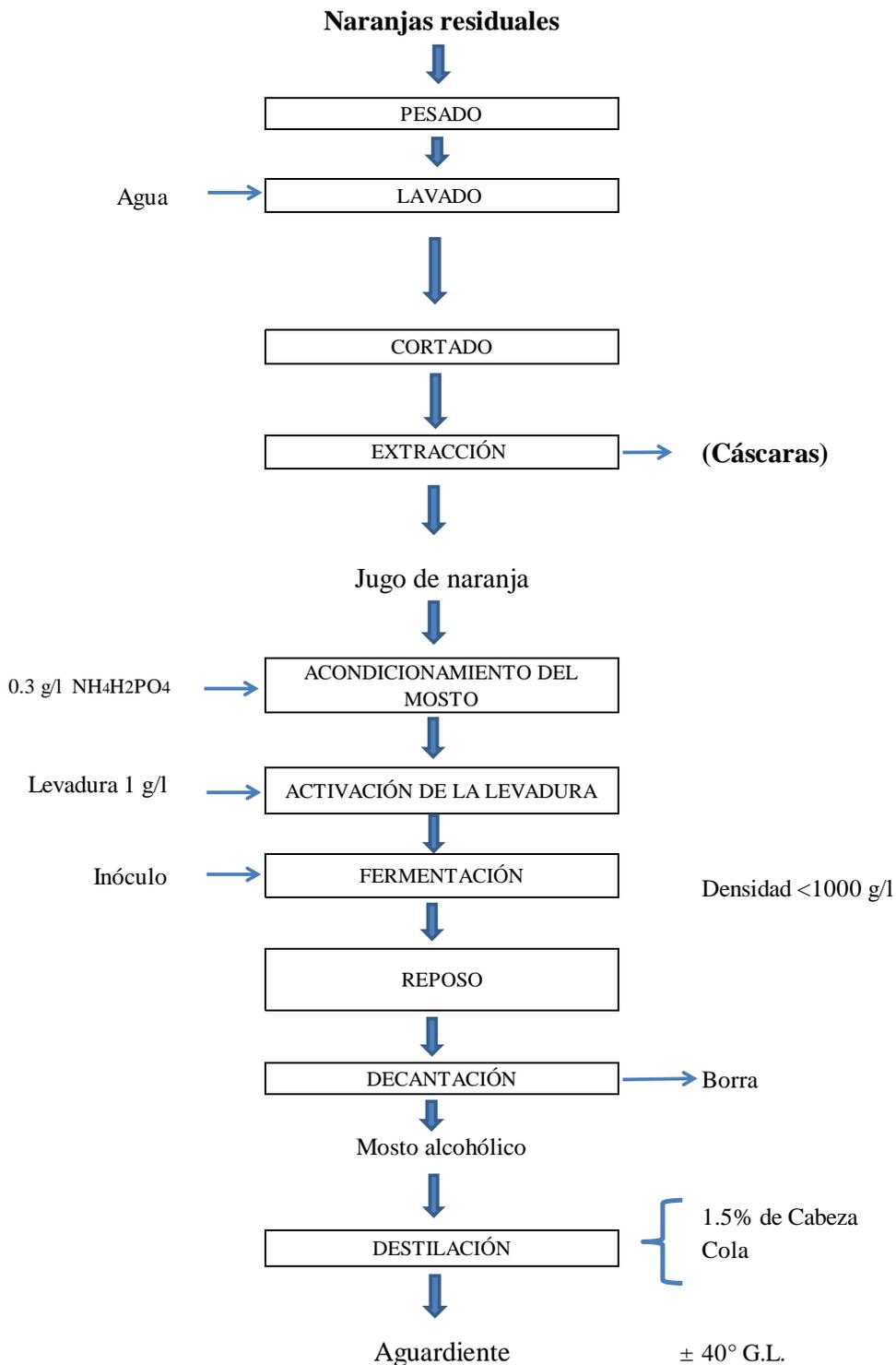
**Figura 5:** Secuencia de actividades para el aprovechamiento integral de la naranja Huando (variedad *Washington Navel*).

### 3.5.1 CARACTERIZACIÓN DEL JUGO Y CÁSCARAS DE NARANJA

El jugo proveniente de las naranjas residuales rajadas se analizó en cuanto a: azúcares reductores, azúcares totales, acidez titulable, grados Brix, pH, densidad y grado alcohólico probable. La humedad de las cáscaras y el bagazo se determinaron después de la extracción de jugo.

### 3.5.2 OBTENCIÓN DEL DESTILADO ALCOHÓLICO

En el orden del proceso, primero se extrajo el jugo de las naranjas residuales (Figura 6) para derivarlo en un destilado alcohólico de  $\pm 40$  °GL



**Figura 6: Flujo de operaciones para la obtención de un aguardiente.**

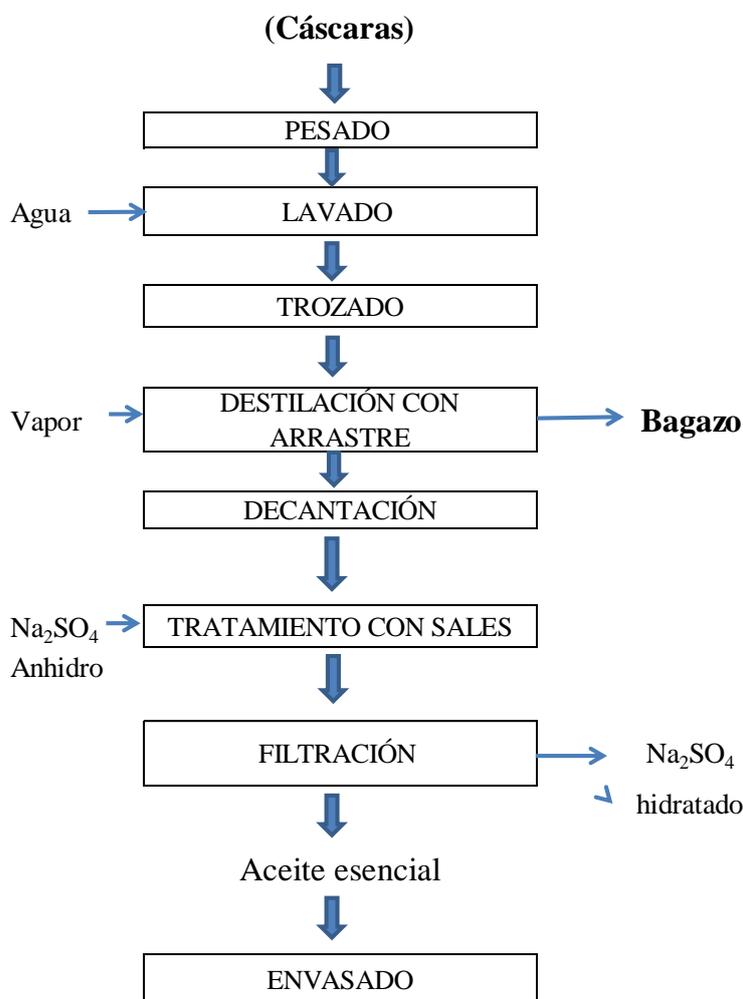
A continuación, se describen las operaciones:

- a. Pesado:** Se utilizaron 100 kg de naranjas residuales por *batch*. Asimismo, se realizaron 3 repeticiones o *batch* y se utilizaron 300 kg de naranja en total.
- b. Lavado:** Las naranjas residuales fueron lavadas con agua potabilizada, para su posterior cortado en la máquina de exprimidor de naranjas automático.

- c. Cortado:** Las naranjas residuales fueron cortadas por la mitad, mediante las cuchillas de acero inoxidable de la máquina exprimidora automática.
- d. Extracción:** El jugo se extrajo de las naranjas cortadas por presión en el interior de la exprimidora de 30 naranjas por minuto de capacidad. Por otra parte, la mayor concentración de los aceites esenciales permaneció en las cáscaras separadas en el proceso.
- e. Acondicionamiento del mosto:** El jugo extraído fue acondicionado con fosfato de amonio a una concentración de 0.3 g/L a pH original del mosto y a temperatura ambiente.
- f. Activación de la levadura:** Consistió en adicionar 1 g de levadura fresca/L mosto en agua a 35 °C por un tiempo de 5 minutos.
- g. Fermentación:** Se inoculó las levaduras activadas en bidones de plástico de veinte 20 L de capacidad; los cuales se llenaron con 15 L de mosto, dejando un espacio vacío de cabeza. Asimismo, se llevó a cabo a una temperatura aproximada de 21 °C (temperatura ambiente) y el proceso se dio por finalizado cuando la densidad fue menor a 1000 g/L.
- h. Reposo:** Se realizó con la finalidad de que la levadura y lo sólidos se precipiten y poder separarlos posteriormente.
- i. Decantación:** La borra fue separada del mosto fermentado, éste último fue llevado al alambique de cobre.
- j. Destilación:** Se realizó en un destilador de cobre, separándose 1.5 por ciento de fracción de cabeza, con respecto al volumen inicial del mosto fermentado, hasta obtener un aguardiente de  $\pm 40$  °GL medidos con un alcoholímetro. Para todas las muestras se colocaron 20 L de mosto alcohólico en el alambique por repetición. La temperatura del destilado  $< 25$  °C, para evitar la evaporación de los compuestos volátiles (aromas).

### 3.5.3 OBTENCIÓN DE ACEITE ESENCIAL

Las cáscaras provenientes de la extracción del jugo, fueron aprovechadas para la obtención de aceites esenciales, siguiendo el flujo de operaciones que se muestra en la Figura 7, y se describe a continuación.



**Figura 7: Flujo de operaciones para la obtención de aceite esencial.**

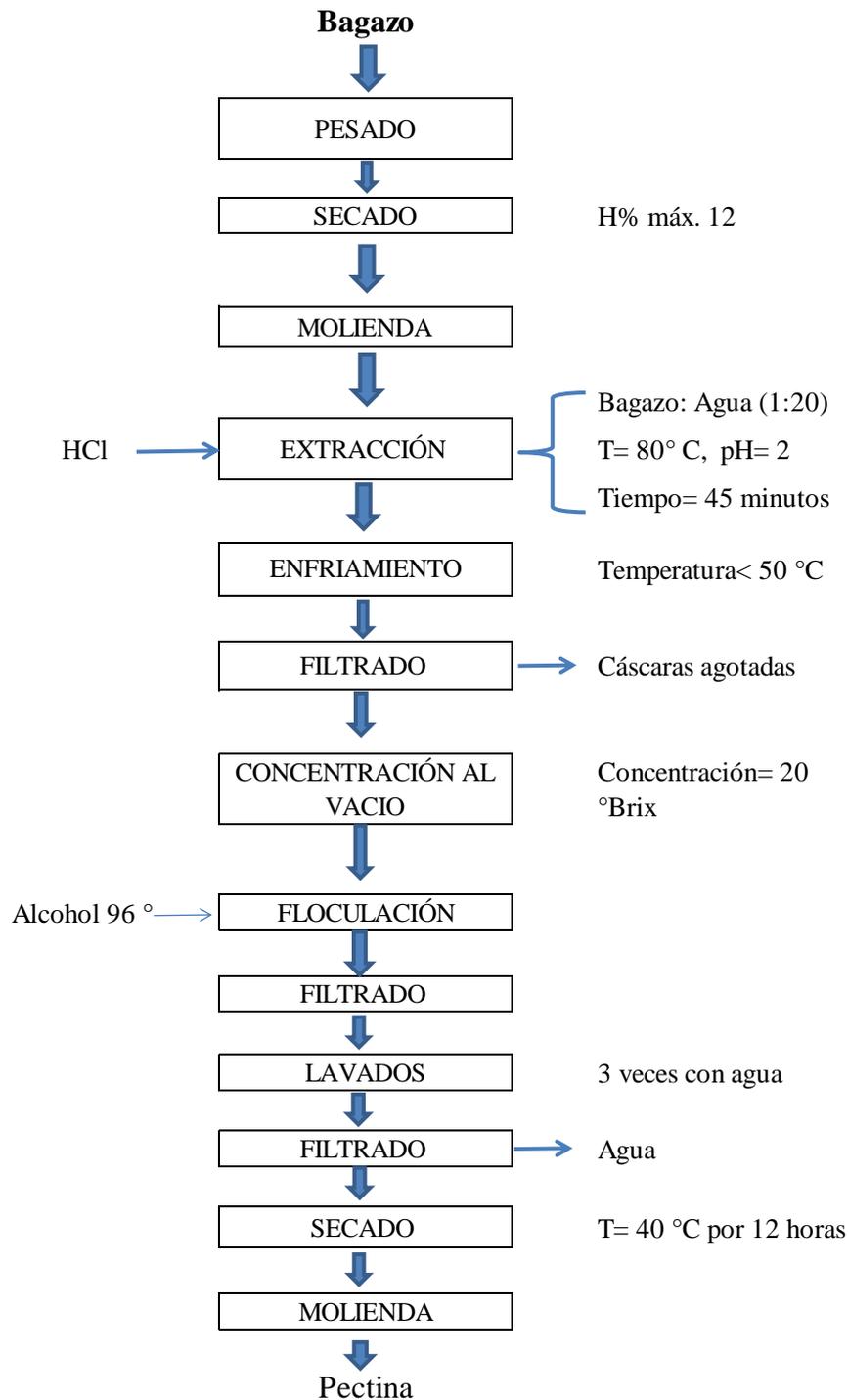
A continuación, se describen las operaciones para la extracción de aceites esenciales a partir de las cáscaras de naranjas después de la extracción del jugo de naranja:

- a. Pesado:** Las cáscaras se pesaron para determinar el rendimiento al final del proceso.
- b. Lavado:** Se realizó con agua potable, con la finalidad eliminar restos de algunos azúcares provenientes de la extracción del jugo.
- c. Trozado:** Se realizó en forma manual mediante cuchillos de acero inoxidable para aumentar la superficie de contacto con el vapor durante la destilación con arrastre.

- d. Destilación con arrastre:** Se utilizó un destilador por arrastre de vapor. Asimismo, la relación de pesos, solución extractora (agua) con las cáscaras fue de tres a uno (3:1); respectivamente. El tiempo de extracción fue por 60 minutos a temperatura de ebullición del agua, temperatura ambiente del refrigerante y la presión en el recipiente ligeramente más alto que el medio ambiente, durante el tiempo de extracción.
- e. Decantación:** Se realizó la separación del aceite esencial mediante una pera de decantación, eliminando el agua.
- f. Tratamiento con sales higroscópicas:** El agua residual contenido en el aceite fue eliminado con una sal higroscópica, el sulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) anhidra, a una concentración de 3 g /10 mL de aceite obtenido en la pera de decantación.
- g. Filtración:** Se realizó para separar las sales higroscópicas con un filtro prensa al vacío.
- h. Envasado:** El aceite esencial purificado, se envasó en frascos de vidrio de color ámbar, para su protección de la luz.

### 3.5.4 OBTENCIÓN DE PECTINA

Después de la extracción del aceite esencial, se obtuvo un bagazo que fue aprovechado para la obtención de pectina de alto metoxilo, tal como se muestra en la siguiente Figura 8.



**Figura 8: Flujo de operaciones para la obtención de pectina.**

A continuación, se describen las operaciones:

- a. Pesado:** Mediante una balanza electrónica, se pesó por separado cada *batch* del bagazo provenientes de la destilación con arrastre.
- b. Secado:** El bagazo se llevó a un secador de bandejas hasta obtener una humedad de 12 por ciento como máximo.

- c. Molienda:** Se realizó una molienda gruesa, mediante el molino de martillos.
- d. Extracción:** Se realizó a pH 2, con agua acidulada con ácido clorhídrico preparada a pH 2 (concentración de 7 mL por litro de solución). La temperatura de extracción fue de 80 °C, por un tiempo de 45 minutos. Asimismo, la relación de materia prima (mp) solvente (agua) fue de 1:20, respectivamente, debido a la cantidad de fibra de la naranja residual. Así, la operación se realizó en una marmita enchaquetada con agitación constante.
- e. Enfriamiento:** Finalizado el período de calentamiento, la mezcla se enfrió hasta una temperatura menor de 50 °C.
- f. Filtrado:** Se realizó para eliminar los sólidos gruesos y algunas pepas, obteniéndose la solución pectínica, mediante un filtro prensa al vacío.
- g. Concentración al vacío:** El extracto se llevó a un evaporador tipo bol, con la finalidad de concentrar la solución pectínica hasta 20 °Brix.
- h. Floculación:** Para flocular la pectina se agregó alcohol de 96° grados, en un volumen de 40 por ciento, respecto al volumen total.
- i. Filtrado:** El filtrado se realizó con un filtro prensa y así obtener la fracción pectínica. Para ello es necesario que la pectina se haya coagulado bien, de lo contrario podría perderse mucho de ella, afectando al rendimiento final (Isique, 1986).
- j. Lavados:** Consistió en purificar la pectina con lavados sucesivos de agua potable tres veces, hasta que el líquido de lavado no tenga trazas de cloruros, para verificar esto se podría hacer una prueba con nitrato de plata (Devia, 2003).
- k. Filtrado:** Se realizó mediante el mismo filtro prensa.
- l. Secado:** Se realizó mediante un secador de túnel de aire caliente hasta obtener una humedad menor a 12 por ciento.
- m. Molienda:** Se realizó mediante un molino de martillos, para obtener un tamaño de partículas >315 micras.

### 3.5.5 DISEÑO DE UN FLUJO DE PROCESAMIENTO INTEGRAL

Para el diseño del flujo de procesamiento integral final, se desarrolló primero el proceso para la obtención del aguardiente en la planta piloto de alimentos, de la Universidad

Nacional Agraria La Molina; utilizando equipos como exprimidor automático de naranjas y alambique de cobre, principalmente. El proceso desde el pesado hasta el término de la destilación se realizó en 5 días, tiempo durante el cual ocurrió la fermentación.

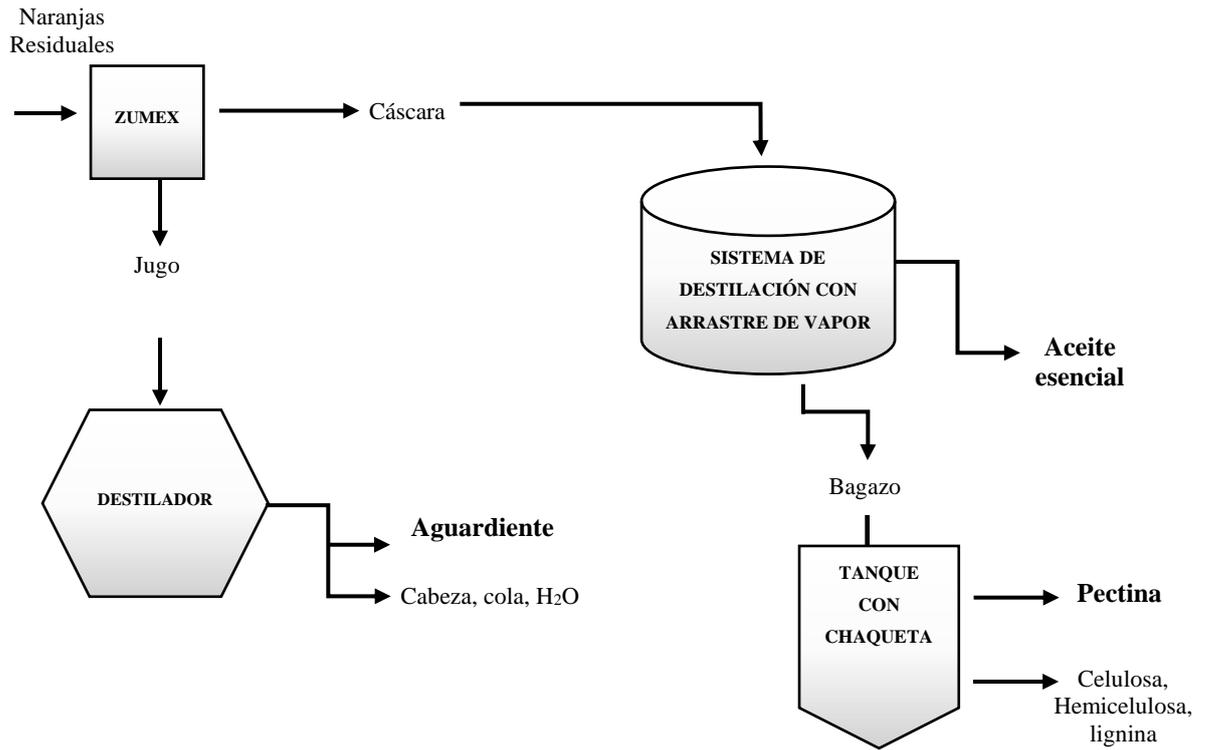
A la par que se llevó a cabo fermentación del jugo de naranja, se utilizaron las cáscaras de naranja para la extracción del aceite esencial, utilizando para ello un destilador con arrastre de vapor, principalmente. Este proceso se realizó también en la planta piloto de alimentos, con un tiempo de extracción de 60 minutos por *batch*. Asimismo no se almacenaron las cáscaras, con la finalidad de aprovechar las cáscaras frescas conteniendo los compuestos aromáticos.

Finalmente, se realizó el proceso de extracción de pectina del bagazo, una vez terminada la extracción del aceite esencial. Para ello, se utilizó un secador de bandejas, molino de martillos, marmita con agitador y evaporador de bola; principalmente, ubicados en la *planta piloto de alimentos*. La secuencia del proceso de obtención de pectina se realizó en 3 días: en el primer día se realizó el secado de cáscaras agotadas, el segundo día para la extracción propiamente y el tercer día para el secado del producto final.

### **3.5.6 BALANCE DE MASA**

El balance de masa (Figura 9) se realizó para cada repetición, partiendo de una cantidad inicial de 300 kg de naranja (100 kg de naranja por *batch*). Asimismo, la realización del balance se realizó hoja de cálculos de *Microsoft Excel*, en cual se obtienen las cantidades de aguardiente, aceite esencial y pectina por separado a partir del jugo, cáscaras y bagazo, respectivamente. El balance de masa fue importante para la investigación porque permitió determinar el tamaño y/o capacidad de los equipos que a utilizar en cada proceso y establecer la cantidad de reactivos y otros materiales a utilizar (Anexo 6).

El esquema gráfico para los tres procesos se muestra en la Figura 9, en dónde se utiliza la tecnología Zumex (exprimidor automático) para la obtención del jugo, un alambique simple de cobre para la obtención del aguardiente, el sistema de destilación con arrastre de vapor para la obtención de aceite esencial y un tanque con chaqueta de vapor para la extracción de pectina, a partir del bagazo.



**Figura 9:** Esquema para el balance de masa en la obtención del aguardiente (destilado alcohólico), aceite esencial y pectina.

## IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1 CARACTERÍSTICAS DE LA NARANJA RESIDUAL

#### 4.1.1 RENDIMIENTO DE JUGO, CORTEZA Y BAGAZO DE LA NARANJA *Washington Navel*

La Tabla 11 muestra el rendimiento promedio de jugo, cáscaras (cáscaras unidas al albedo) y las bagazo de la naranja var. *Washington Navel*, utilizadas para el aprovechamiento integral (Anexo 3).

**Tabla 11: Rendimiento de jugo, cáscara y bagazo**

Partes	Rendimiento (%)	Desviación estandar	Coefficiente Variación
	$\bar{x}$	$\pm SD$	C.V.
Jugo de naranja (P/p)	62.63	0.87	1.39%
Cáscaras (P/p)	23.44	2.16	9.24%
Bagazo (P/p)	13.93	1.61	11.58%

Se puede observar en la Tabla 11 que el rendimiento promedio de jugo extraído de manera automática fue de 62.63 por ciento (kg jugo/100 kg de naranja), 23.44 por ciento (kg de cáscara/100 kg naranja) y 13.93 por ciento (kg de bagazo/100 kg de naranja). Al respecto, Schwan *et al.* (2013) obtuvieron 42.61 por ciento ( $\%_p$ ) de jugo, 49.78 por ciento ( $\%_p$ ) de corteza (cáscara + bagazo) y 7.61 por ciento ( $\%_p$ ) de semilla de la variedad *Pera Rio*. Estos valores son considerados bajos con respecto al jugo de naranja de la investigación; sin embargo, tienen mayores porcentajes de corteza y semilla que la naranja *W. Navel*, que no poseen pepa. La NTP 011.023 (2014) establece un contenido mínimo de jugo de 33 por ciento ( $\%_p$ ), estando así el resultado obtenido en la investigación por encima del rango establecido por la norma.

Asimismo, Cerrón y Cardona (2011) mencionan que en la mayoría de variedades de naranjas, de menor porcentaje de jugo se obtendrá menor rendimiento final del destilado alcohólico, pero mayores rendimientos aceites esenciales y pectinas.

Con respecto a las repeticiones, puede observarse en la Tabla 11 un coeficiente de variación del jugo de naranja de 1.39 por ciento, 9.24 por ciento de cáscaras y 11.58 por ciento, con respecto al bagazo. Sin embargo, Dicoovski (2008) menciona en términos estadísticos que un CV menor al 10 por ciento indica poca variabilidad y una menor o igual al 20 por ciento significa que el promedio de datos es representativo de la muestra. Al comparar los resultados obtenidos, se observa que según el CV las repeticiones (rendimientos) tienen baja variabilidad y representan al promedio de datos.

#### **4.1.2 HUMEDAD DE LA CÁSCARA Y EL BAGAZO**

Las cáscaras destinadas para la extracción de aceite esenciales presentaron una humedad de 82.13 por ciento (P/p), las cuales se utilizaron inmediatamente después de la extracción del jugo de naranja. Al respecto, Cerrón y Cardona (2011) trabajaron con humedad de 80.0 por ciento (P/p) de cáscaras de naranja de la variedad *Valencia* para la extracción de aceites esenciales, con la finalidad de evitar su almacenamiento y la pérdida de importantes de los compuestos aromáticos, disminuyendo el rendimiento final del aceite esencial.

La humedad del bagazo (sin aceite esencial) después de 24 horas de secado resultó 11.48 por ciento (P/p). Al respecto, Guzel y Akpınar (2019) reportaron una humedad menor al 10 por ciento (P/p) de las cáscaras y cortezas después de 48 horas a 60 °C. Estos autores obtuvieron humedades bajas en las cáscaras de naranja con la finalidad de aumentar la calidad del gel y el rendimiento de las pectinas de alto metoxilo.

#### **4.1.3 CARACTERÍSTICAS FISICOQUÍMICAS DEL JUGO DE NARANJA W. *Navel***

La Tabla 12 muestra la composición fisicoquímica del jugo naranja residual Huando (var. *Washington Navel*).

**Tabla 12: Composición fisicoquímica del jugo de naranja residual**

<b>Parámetro</b>	<b>Jugo extraído</b>
Rendimiento % (P/p)	62.63±0.87
pH	3.57±0.03
°Brix	12.33±0.58
Densidad (g/ml) a 20 °C	1.040±0.0
Acidez total (% ác. Cítrico)	1.050±0.10
Azúcares reductores (g/l)	32.30±0.20
Azúcares Totales (g/l)	98.03±4.28
°GL probable	5.77±0.28

Como se puede observar el rendimiento del jugo extraído de la naranja residual *W. Navel* fue 62.63 por ciento (P/p). Al respecto, Hours *et al.* (2005) reportaron un rendimiento menor de 47.04 por ciento (V/p) ó 48.92 por ciento (P/p), inferior al resultado promedio obtenido para la misma variedad de naranja. Estos autores utilizaron un procesador de piñas rotatorio para la extracción del jugo, diferente al exprimidor automático. Otros autores como Lodoño *et al.* (2011) utilizaron la tecnología FMC (*Food Machinery Company*) para la extracción de jugo de naranja, y obtuvieron un rendimiento menor de 52.1 por ciento (L/kg) ó 54.18 por ciento (P/p). Con estas comparaciones, se observa que la naranja *W. Navel* en estudio presentó mayor cantidad de jugo al finalizar la extracción.

Los otros parámetros fisicoquímicos fueron medidos inmediatamente después de extraer el jugo de las naranjas residuales. Así, se obtuvo el pH ácido de 3.57, una cantidad de sólidos totales de 12.33 °Brix, una densidad corregida a 20 °C de 1.040 g/mL, acidez total expresada en ácido cítrico de 1.05 por ciento (g/ 100 mL), azúcares reductores de 12.30 (g/L), azúcares totales 98.03 (g/L) y un grado alcohólico probable de 5.77 °GL. Al respecto, la NTP 203.004 (1976) establece los requisitos fisicoquímicos para la naranja como densidad relativa 1.040 g/cm<sup>3</sup>, acidez titulable (expresado en g/100 mL) 0.75–1.40; pH 3.0–4.0; sólidos disueltos por lectura refractométrica a 20 °C, 10 °Brix y contenido de ácido ascórbico 350 mg/1000 cm<sup>3</sup>. Asimismo, la NTP 011.023 (2014) establece los requerimientos mínimos de 8.0 °Brix y 58 mm de diámetro (calibre 11), y un rango de acidez de 0.75-1.5 para la comercialización de las naranjas de la variedad *Navel* en el mercado internacional. Al comparar los parámetros fisicoquímicos de las naranjas residuales con las NTP's, se

observa que las densidades coinciden con la presente investigación; asimismo la acidez titulable y pH de las naranjas residuales están dentro del rango establecido por la norma. Sin embargo, se observa una diferencia mayor en 2.33 °Brix de los sólidos totales de las naranjas residuales, lo cual favorece al rendimiento del destilado alcohólico.

Con respecto a la cantidad de azúcares reductores, el contenido resultó 32.30 (g/L) o 3.23 por ciento (g/100 mL) de azúcares reductores presentes en el jugo de naranjas residuales. A respecto, Cerrón y Cardona (2011) reportaron 3.88 por ciento (g/100 mL) de azúcares reductores para la variedad *Valencia* y Schwan *et al.* (2013) reportaron 3.25 por ciento (g/100 g) para la variedad *Washington Navel*. Al comparar los resultados obtenidos con los autores, se observa una cantidad de azúcar reductor menor; un factor de influencia para esta variabilidad podría ser el tiempo de cosecha, ya que las naranjas residuales fueron analizadas en el mes de mayo; y las naranjas utilizadas por los autores en el mes de julio.

La cantidad de azúcares totales del jugo de naranja analizado resultó 98.03 g/L ó 9.803 g/100 mL y éstos son un potencial sustrato para que la levadura produzca alcohol. Al respecto, Valencia (2010) menciona que para la formación de un grado alcohólico se necesitan 17 gramos de azúcar por litro de muestra, por lo tanto, considerando lo mencionado por este autor, se observa que el mayor grado alcohólico probable es de 5.77 °GL. En contraste, Cerrón y Cardona (2011) reportaron 7.30 g de azúcares totales/100 mL de jugo, para naranjas de la variedad *Washington Navel*, resultando una cantidad menor con respecto a la investigación.

Asimismo, otras investigaciones como la de Bappa *et al.* (2018) determinaron la relación de azúcares totales como la suma de azúcares reductores y sacarosa (azúcar no reductor) en sus investigaciones publicadas como “los cambios en los azúcares reductores, sacarosa y azúcares totales (mg/g peso seco) de las hojas de arroz”. Al respecto, Infoagro (2009) cuantificaron los azúcares reductores, sacarosa y en consecuencia azúcares totales de la naranja dulce a 5.2 g/100 mL y 4.7 g/100 mL y 9.9 g/100 mL, respectivamente. Al comparar con el resultado obtenido, se observa una diferencia mínima de 0.097 g/ 100 mL menor de azúcares totales reportados por Infoagro (2009) con el resultado obtenido en la investigación.

## 4.2 RENDIMIENTOS DEL DESTILADO ALCOHÓLICO, ACEITE ESENCIAL Y PECTINA DE ALTO METOXILO

### 4.2.1 RENDIMIENTO DEL DESTILADO ALCOHÓLICO

La Tabla 13 muestra el rendimiento promedio del destilado alcohólico, provenientes de la naranja residual *Washington Navel*.

**Tabla 13: Rendimientos del aguardiente a partir del jugo de naranja**

Muestra	Rendimiento de aguardiente de 40 °GL (%)	Rendimiento de alcohol 40 °GL (g/l)
Jugo de naranja	7.49	<59.10*
±SD	0.22	--
C.V.	2.94	--

\* Rendimiento de alcohol expresado en etanol

Se puede observar en la Tabla 13 un rendimiento promedio de aguardiente de naranja de 7.49 por ciento (mL de aguardiente/ 100 mL mosto fermentado) ó < 59.10 g de etanol/L mosto fermentado. Para realizar la comparación de rendimientos con otras investigaciones de obtención de alcohol a partir de jugo de naranjas residuales, se expresó el rendimiento (g/L) en gramos de alcohol 40 °GL por litro de mosto fermentado, como lo suelen expresar estos investigadores. Al respecto, Schwan *et al.* (2013) reportaron rendimiento de 58.13 g etanol/L mosto fermentado (analizado por HPLC) ó 7.38 por ciento (mL de aguardiente/ 100 mL de mosto fermentado) (rendimiento de alcohol de 40° GL), cuyo contenido inicial de azúcar total fue de 116.74 g/L ó 11.67 g/100 mL. Sin embargo, al comparar los rendimientos, se observa un rendimiento mayor en ±0.97 g/L del trabajo académico. Un factor que podría explicar esta diferencia es la adición de fosfato de amonio para activar a las levaduras en el inicio de la fermentación e incrementar el consumo de azúcares totales y dejar la menor cantidad de azúcares residuales al término del mismo. Debido a que, el proceso del presente trabajo académico fue similar al utilizado por los autores en mención.

Otros destilados o aguardientes, proveniente de otra fuente como por ejemplo gaseosas de cola negra y néctar de manzanas, Cussianovich (2016) obtuvo rendimientos de 16.6 por ciento (a 40 °GL) y 11.8 por ciento (a 40 °GL), respectivamente. Comparado con nuestro resultado, se observa un rendimiento (% v/v) menor que el autor mencionado, debido a que

los azúcares totales para la cola negra y néctar de manzana fueron mayores a 143 (g/L) y 184.4 (g/L), respectivamente.

Además, puede observarse una desviación estándar baja ( $SD = \pm 0.22$ ) de los rendimientos a 40 °GL. Para conocer repetibilidad del ensayo (en porcentaje) se utilizó coeficiente de variación (CV), el cual resultó 2.94 por ciento. Al respecto, Dicoovski (2008) menciona estadísticamente que un CV menor al 10 por ciento indica poca variación y una menor o igual al 20 por ciento significa que el promedio de datos es representativo de la muestra. Al comparar los resultados obtenidos, se observa que según el CV las repeticiones (rendimientos) tienen baja variabilidad y representan al promedio de datos.

#### • **GRADO ALCOHÓLICO CORREGIDO DE DESTILADO**

El grado alcohólico final corregido a 20 °C en promedio resultó 40.91 °GL  $\pm$  0.44 (Anexo 4). Al respecto, Schwan *et al.* (2013) obtuvieron el destilado alcohólico (cuerpo de la bebida espirituosa o aguardiente) de naranja hasta alcanzar una concentración de etanol aproximadamente de 400 ml etanol/L ó 40 °G.L. que multiplicado por la densidad del etanol (0.789 g/mL) resulta 315.86 g de etanol/L mosto fermentado. Se puede observar que no existe mucha diferencia con el resultado obtenido respecto al °GL para mantener el cuerpo del destilado. Además, la NTP (2006) tiene como requisito para el Pisco (un tipo especial de aguardiente), un mínimo de 38.0 por ciento y máximo de 48.0 por ciento grado alcohólico volumétrico a 20 °C. Así el grado alcohólico de la investigación está dentro del rango establecido por la NTP (2006) en referencia.

Además, se puede observar un coeficiente de variación de 2.94 por ciento, el cual nos indica una baja variabilidad de los grados alcohólicos resultantes con respecto al promedio (40.91 °GL). Al respecto, Dicoovski (2008) menciona estadísticamente que un CV menor al 10 por ciento indica poca variación y una menor o igual al 20 por ciento significa que el promedio de datos es representativo de la muestra. Al comparar los resultados obtenidos, se observa que según el CV las repeticiones (grado alcohólico) tienen baja variabilidad y representan al promedio de datos.

#### **4.2.2 RENDIMIENTO DE ACEITE ESENCIAL**

La Tabla 14 muestra el rendimiento promedio de aceite esencial, proveniente de la cáscara de naranja unida al albedo.

**Tabla 14: Rendimiento de aceite esencial a partir de las cáscaras**

Muestra	Aceite esencial (a.e.)	Aceite esencial (a.e.)
	b.h. %(v/p)	b.s. %(v/p)
Cáscaras de naranja	0.66	3.69
±SD	0.03	0.03
C.V.	3.80	0.68

Dónde:

b.h. (base húmeda)

b.s. (base seca)

Se puede observar en la Tabla 14 un rendimiento promedio de aceite esencial purificado a partir de las cáscaras de naranja de 0.66 por ciento (mL aceite esencial purificado/100 g de cáscara), después de la purificación con Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidro. Al respecto, Golmohammadi *et al.* (2018) reportaron un rendimiento óptimo de 1.34 por ciento en b.h. ± 0.011 (1.34 mL de aceite esencial/100 g de cáscara seca) trabajando con los siguientes parámetros de extracción: 8 bar (800 kPa) por un tiempo de 240 segundos (contabilizados desde el momento que cae la primera gota de a.e.), utilizando el método de extracción con arrastre de vapor. En comparación con el resultado obtenido, se observa un rendimiento menor obtenido con respecto a los autores, debido a los parámetros de extracción (±1.5 kgf/cm<sup>2</sup> ó ±138 kPa, Temperatura de ebullición del agua y 60 min), humedad de la cáscara y el grado de purificación del aceite para su cuantificación. Así, un aceite purificado, tendrá menos rendimiento con respecto al aceite esencial mezclado con agua inmediatamente después de ser extraído.

Ciriminna *et al.* (2017) utilizaron el método de hidrodestilación para la extracción de aceites esenciales de naranja y reportaron 2.10 por ciento en b.s. de rendimiento en un tiempo de extracción de 300 minutos. Allaf *et al.* (2013) utilizaron el método de calentamiento y caída repentina de presión (DIC), con vapor de agua, ΔP= 5-1000 kPa, tiempo de 4-20 segundos y 2-3 ciclos; y obtuvieron 1.61 por ciento de rendimiento en b.s. Al comparar con resultado obtenido en el presente trabajo académico, se observa un mayor rendimiento con respecto a estos autores, debido al método de arrastre con vapor utilizado.

Además, puede observarse una desviación estándar baja (SD= ±0.03) de los rendimientos en base húmeda y seca. Para conocer el grado de variabilidad (en porcentaje) se utilizó coeficiente de variación (CV), el cual resultó 3.8 por ciento y 0.68 por ciento para

base húmeda y seca, respectivamente. Al respecto, Dicovskiy (2008) menciona estadísticamente que un CV menor a 10 por ciento indica poca variabilidad y una menor o igual al 20 por ciento significa que el promedio de datos es representativo de la muestra. Al comparar los resultados obtenidos, se observa que según el CV las repeticiones (rendimientos) tienen baja variabilidad y representan al promedio de datos.

#### 4.2.3 RENDIMIENTO DE PECTINA DE ALTO METOXILO

La Tabla 15 muestra el rendimiento promedio de pectina de alto metoxilo, proveniente del bagazo (sin aceite esencial), después del secado.

**Tabla 15: Rendimiento de pectina de alto metoxilo a partir del bagazo**

Muestra	Pectina de alto metoxilo b.h. % (p/p)	Pectina de alto metoxilo b.s. % (p/p)
Bagazo	13.41	15.16
±SD	2.24	2.59
C.V.	16.70	17.11

Se puede observar en la Tabla 15 un rendimiento promedio de pectina a partir de los bagazos de naranja de 13.41 por ciento y 15.16 por ciento en base húmeda y seca, respectivamente. Otros autores como Casas *et al.* (2015), obtuvieron pectina a partir del bagazo de cáscaras de naranja de la variedad *Valencia* un rendimiento de 16.7 por ciento (p/p) en base seca. En comparación con el resultado obtenido, se observa una pequeña diferencia de 1.54 por ciento menor en el rendimiento; utilizando los siguientes parámetros de extracción: 90 °C, 1.5 de pH y 75 min. Al Contrario, Devia (2003) obtuvo un rendimiento de 9.38 por ciento (p/p) en base húmeda bajo las mismas condiciones en la extracción (pH 2, 40 min. y temperatura de ebullición) utilizando HCl del 37 por ciento. Esta diferencia menor al resultado obtenido, podría ser porque el autor utilizó bagazo de naranjas de la variedad *Valencia* a una alta humedad de 63.7 por ciento, comparada con los 11.48 por ciento del bagazo de las naranjas *Washington Navel* utilizadas en la investigación. En resumen, se obtuvo un rendimiento en el medio del rango obtenidos en pruebas experimentales anteriores.

Los mayores rendimientos fueron reportados por otros autores; por ejemplo Tovar *et al.* (2019) obtuvieron 29.37 por ciento de rendimiento en bs mediante hidrólisis ácida, con

solvente HCl 0.1 M y los siguientes parámetros de extracción: tiempo de 2 horas, 95 °C de temperatura, pH de 1.6 y ratio de 6:1 (Solvente: cáscara de naranja). Asimismo, Spohr *et al.* (2015), citados por Tovar *et al.* (2019) obtuvieron 17.75 por ciento de rendimiento en b.s. mediante hidrólisis ácida, con ácido cítrico (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>) como solvente y los siguientes parámetros de extracción: tiempo de 30 minutos, 90-97 °C de temperatura y pH de 2.5. Se observa un mayor rendimiento reportado de estos autores con respecto al obtenido en el presente trabajo académico, debido a los diferentes parámetros de extracción utilizados; sin embargo habría que evaluar la calidad reológica, como grado gel y viscosidad de la pectina obtenida para ambos casos.

Senit *et al.* (2019) mencionan que el grado de esterificación (GE) está en función a la hidrólisis ácida. Así para los siguientes parámetros de extracción: pH 1.2, temperatura 80 °C y tiempo de 50 minutos, obtuvieron pectinas >70 por ciento GE clasificadas como pectinas de alto metoxilo. Para la presente investigación se utilizaron similares parámetros de extracción, a excepción del pH 2. Por lo tanto, se esperaría tener un GE > 50 por ciento, el cual se debería precisar con pruebas complementarias (%GE) para la caracterización de la pectina extraída.

Se observa también en la Tabla 15 una desviación estándar de 2.24 por ciento y 2.59 por ciento de los rendimientos en base húmeda y seca, respectivamente. Para conocer el grado de variabilidad (en porcentaje) se utilizó coeficiente de variabilidad (CV), el cual resultó 16.7 por ciento y 17.11 por ciento para base húmeda y seca, respectivamente. Al respecto, Dicovskiy (2008) menciona que un CV menor al 10 por ciento indica poca variabilidad y una menor o igual al 20 por ciento significa que el promedio de datos es representativo de la muestra. Al comparar los resultados obtenidos, se observa que según el C.V. las repeticiones (rendimientos) tienen baja variabilidad y representan al promedio.

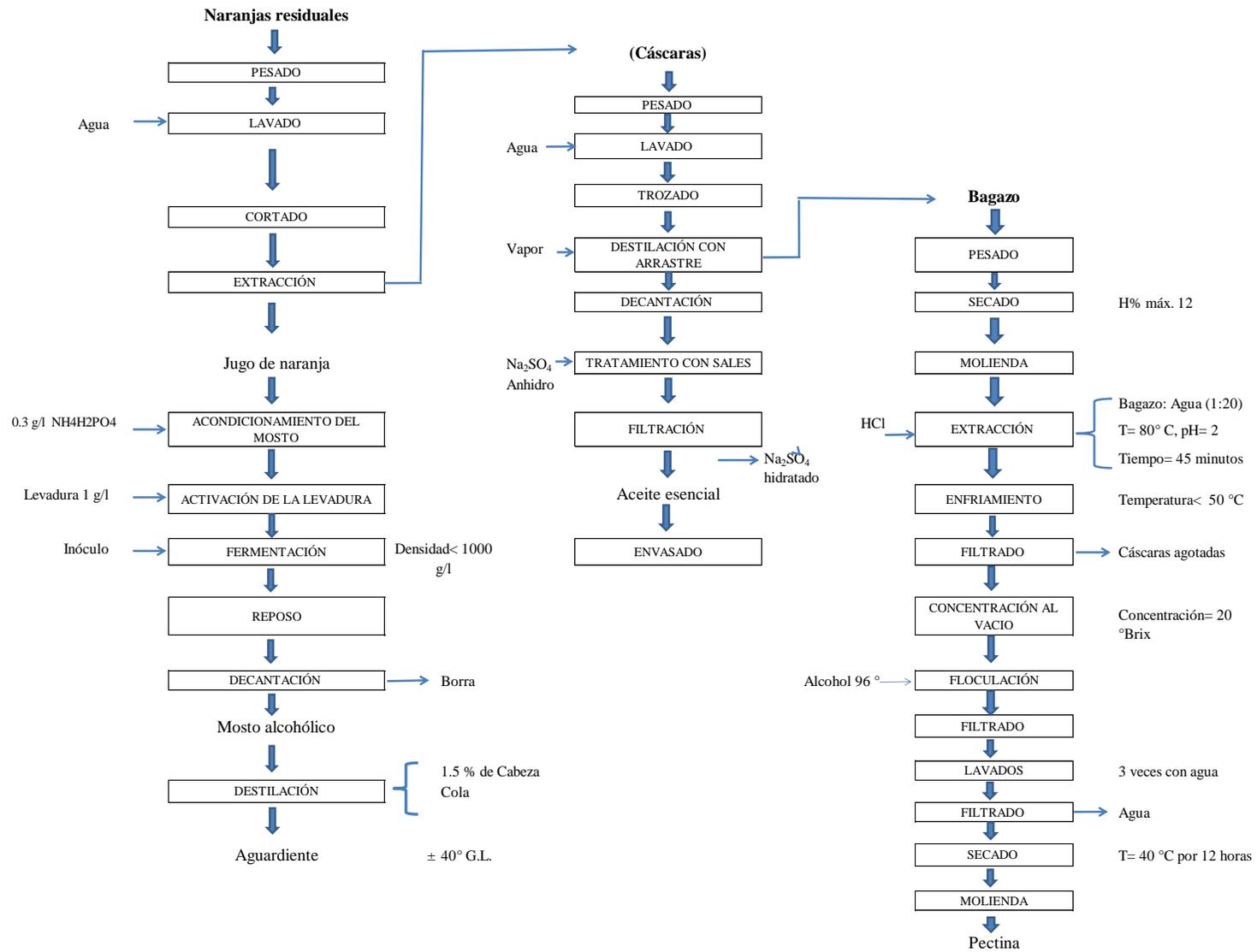
### **4.3 FLUJOGRAMA DEL APROVECHAMIENTO INTEGRAL DE LA NARANJA**

En la siguiente Figura 9 se presenta el flujograma integral de aprovechamiento de la naranja Huando, obtenido como resultado de la unión de los tres procesos casi en simultáneo: para obtención del destilado alcohólico, aceite esencial y pectina. Así, el proceso se inicia con el pesado de las naranjas residuales, lavado y extracción del para su estandarización y posterior inoculación de las levaduras activadas, seguido de la fermentación, reposo y finalmente la destilación sin “la borra” para evitar la mayor formación de ácidos grasos. En esta etapa se descartó el 1.5 por ciento de la fracción de “cabeza”; debido a la concentración

de metanol, acetaldehído u otros componentes volátiles formados. Comparado con otro diseño de proceso de destilación, Schwan *et al.* (2013), separaron el 10 por ciento de la fracción “cabeza” del destilado con fines de investigación e identificar los componentes “congéneres” en “el cuerpo” del destilado. Sin embargo, el separar mayores porcentajes de cabeza en el destilado, disminuye el rendimiento del aguardiente (cuerpo del destilado). Asimismo, es importante que la temperatura de en el proceso de destilación sea  $<25^{\circ}\text{C}$  para evitar la Pérdida de los compuestos volátiles y otros aromas importantes para la calidad del producto final (aguardiente).

Las cáscaras obtenidas del proceso de extracción de jugo de naranja, fueron utilizadas directamente en una destilación con arrastre de vapor para extraer los aceites esenciales. Este proceso se inició con el pesado, lavado y trozado de las cáscaras para aumentar la superficie de contacto con el vapor. Seguidamente, la extracción del aceite esencial se realizó mediante la destilación con arrastre de vapor; el cual es recepcionado en una pera de decantación para su posterior deshidratación con sales higroscópicas y envasado en frascos de vidrio de color ámbar , evitando el contacto con la luz. Este proceso se realizó al mismo tiempo que ocurría la fermentación del mosto de naranja, con la finalidad de optimizar el tiempo de proceso. Cerrón y Cardona (2011) mencionan que un proceso industrial para la extracción de aceites debería ser mediante el “raspado”; sin embargo por las características de la materia prima (grietas o rajaduras de las naranjas residuales de la investigación) resultaría impráctico en este caso.

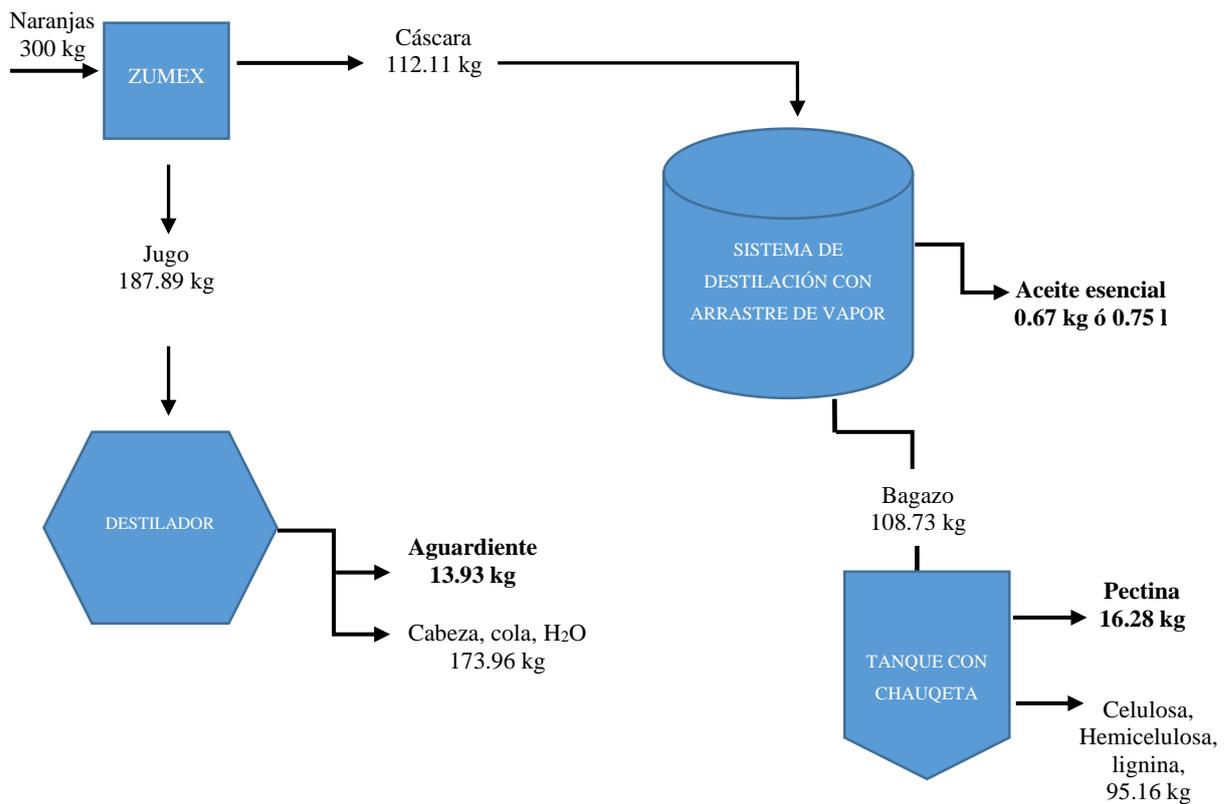
Finalmente, las cáscaras sin aceite esencial y ablandadas por efecto del vapor saturado (durante la destilación de arrastre con vapor), son utilizadas para la extracción de pectinas. El cual se inicia con el pesado, secado (hasta una humedad máxima de 12 por ciento para obtener geles consistentes) y su posterior molienda del bagazo seco. La extracción de pectinas a partir de este bagazo seco; se realizó en caliente con HCl al 37 por ciento grado alimentario, para continuar con el enfriado, filtrado, concentración al vacío (con la finalidad de disminuir la degradación de la pectinas y la cantidad de alcohol de  $96^{\circ}$  a utilizar durante el floculado); después de esta etapa de floculación se realiza el filtrado y posteriores lavados con la finalidad de eliminar trazas de cloruros. Asimismo, se observa en la Figura 10, el secado y la molienda de la pectina como producto final; obtenida a partir del bagazo de naranja y además los procesos integrados para la obtención del aguardiente y aceite esencial a partir del jugo y cáscaras de naranja (var. *Washington Navel*), respectivamente.



**Figura 10: Flujo de operaciones para obtener aguardiente, aceite esencial y pectina a partir de naranjas residuales.**

#### 4.4 BALANCE DE MASA

La Figura 11 y la Tabla 16 muestran las cantidades obtenidas de destilado alcohólico o aguardiente (13.93 kg) a partir del jugo de naranja, aceite esencial (0.65 kg) a partir de las cáscaras, pectinas (15.88 kg) a partir del bagazo y otros subproductos (cera, celulosa, hemicelulosa y otros azúcares) a partir de 300 kg de naranjas residuales. Asimismo, en el Anexo 5 se observa el balance de masa por separado para cada *batch*.



**Figura 11:** Balance de masa en la obtención del aguardiente (destilado alcohólico), aceite esencial y pectina.

En la Figura 11 se observa la valorización de las naranjas residuales *Washington Navel*, mediante la obtención de aguardiente, aceites esenciales y pectinas (finalidad de la Ley Integral de Residuos Sólidos D.L. N° 1278, 2016). Dichos productos se pueden encontrar en el mercado actual peruano a precios de 40 soles/L (El Catador, 2019), 50 soles/10 mL (Mercado Libre Perú- A, 2019) y 98 soles/kg (Mercado Libre Perú- B, 2019) para aguardiente de naranja, aceites esenciales y pectinas; respectivamente.

**Tabla 16: Balance de masa general**

	<b>Balance</b>		<b>(unidad)</b>		<b>(Unidad)</b>
Destilado alcohólico	Masa entra	300	kg naranja		
		112.11	kg cáscara	-	-
		0.0	kg de pepa		
	masa sale	187.89	kg de jugo	13.93	L de aguardiente
			173.96	L cabeza, cola, otros.	
Aceite esencial	masa entra	112.11	kg cáscara	-	-
			l aceite		
	masa sale	0.75	esencial (0.67 kg de a.e.)	-	-
		111.44	kg bagazo	-	-
Pectina	masa entra	111.44	kg bagazo	-	-
		16.28	kg pectina	-	-
	masa sale	95.16	ceras, celulosa, hemicelulosa, otros.	-	-
<b>Total</b>		<b>300</b>	<b>kg</b>		

Se puede observar en la Tabla 16 las cantidades de los productos obtenidos (masa que sale), las cuales son: 13.93 L de aguardiente (a partir de 187.89 kg de jugo de naranja), 0.75 kg de aceite esencial y 16.28 kg de pectina; además, se obtuvo “subproductos” en 95.16 kg de bagazo (ceras, celulosa, hemicelulosa, otros azúcares) y no se obtuvo cantidades de pepas. Estos últimos “subproductos” podrían ser aprovechados para la obtención de productos para la alimentación de ganado, producción de aceite de semillas y flavonoides en la industria farmacéutica. (Jordán, 1999).

Asimismo, con los pesos de obtenidos de los productos (destilado alcohólico, aceite esencial y pectina) se calculó el porcentaje de aprovechamiento de las naranjas residuales y resultó 68.30 por ciento con respecto a los 300 kg de naranja utilizados inicialmente. Con ello, los residuos generados (naranjas *W. Navel* residuales), fueron minimizados, transformados y valorizados (finalidad de la Ley integral de residuos sólidos DL N° 1278); mediante la reutilización y coprocesamiento, para garantizar la protección de la salud y del medio ambiente; creando así mismo un potencial de recurso económico (Ministerio de Ambiente [MINAM], 2016).

## V. CONCLUSIONES

- Las características fisicoquímicas (porcentaje de rendimiento de jugo, °Brix, densidad, acidez total, azúcares reductores y totales) de las naranjas residuales (var. *Washington Navel*), están dentro del rango establecido por la Norma Técnica Peruana (NTP 011.023, 2014). Entonces, es posible el aprovechamiento integral, a escala piloto, de las mismas naranjas residuales.
- Los rendimientos para el destilados alcohólico, aceite esencial y pectinas fueron: 7.49 por ciento, 0.66 por ciento y 13.41 por ciento en base húmeda, respectivamente.
- El flujo integral diseñado permite aprovechar las naranjas residuales (var. *Washington Navel*) aproximadamente en un 68 por ciento para la producción de un aguardiente, aceite esencial y pectina.

## **VI. RECOMENDACIONES**

- Continuar con las investigaciones para el aprovechamiento de la celulosa, hemicelulosa, lignina y otros componentes de la naranja residual, para obtener otros productos valorizables.
- Realizar investigaciones sobre los rendimientos con otros tratamientos sin la adición de fosfato de amonio y con la adición de azúcar invertida.
- Realizar la caracterización del aguardiente, aceite esencial y pectina extraída a partir de la naranja residual var. *Washington Navel*.
- Realizar la recuperación de etanol y HCl en el proceso de extracción de pectinas.

## VII. BIBLIOGRAFÍA

- Albarracín, G., & Gallo, S. (2003). *Comparación de dos Métodos de Extracción de Aceite Esencial utilizando Piper Aduncum (Cordoncillo) procedente de la zona Cafetera* (tesis de pregrado). Universidad Nacional de Colombia, Manizales, Colombia.
- Allaf, T., Tomao, V., Besombes, C., y Chemat, F. (2013). Thermal and mechanical intensification of essential oil extraction from orange peel via instant autovaporization. *Journal & Books of Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 72(1), 24–30. doi: 10.1016/j.cep.2013.06.005.
- Association of Official Analytical Chemists. (2016). *Alcohol in wines 942.06*. Official Methods of Analysis 20(1), 03 p.
- Arab, M., Marzieh, S., Kooshan, H., Khorshidian, N., Yousefi, M., y Hadi, S. (2019). Microencapsulation of microbial canthaxanthin with alginate and high methoxyl pectin and evaluation the release properties in neutral and acidic condition. *International Journal of Biological Macromolecules*, 121(1), 691–698. doi:10.1016/j.ijbiomac.2018.10.114.
- Bappa, D., Rabi, N., Sourabh, P., Gopal, K., Rakesh, V., Vinay, K., Viswanathan, C., Vinod, K., Sushanta, K. y Padmini, S. (2018). Quantitative monitoring of sucrose, reducing sugar and total sugar dynamics for phenotyping of water-deficit stress tolerance in rice through spectroscopy and chemometrics. *Journals & Books of Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 192(1), 11-21. doi: 10.1016/j.saa.2017.10.076.
- Belancic, A. y Agosin, E. (2002). *Aromas Varietales: Influencia de ciertas prácticas vitícolas y enológicas*. Santiago de Chile, Chile: Centro Tecnológico de Aromas ([www.centroaromas.cl](http://www.centroaromas.cl)).
- Biocomercio Sostenible. (2013). *Estudio del Mercado Nacional de Aceites Esenciales*. Bogotá, Colombia: Instituto de investigación de recursos biológicos Alexander Von Humboldt. 109 p.

- Bustamante, J., Stempvoort, S., García-Gallarreta, M., Houghton, J., Briers, H., Budarin, V., Matharu, A., y Clark, J.H. (2016). Microwave assisted hydro-distillation of essential oils from wet citrus peel waste. *Journal of Cleaner Production*, 137(1), 598-605. doi: 10.1016/j.jclepro.2016.07.108.
- Carbonell, M. (1970). *Aguardientes, licores y aperitivos*. España: Sintés.
- Casas-Orozco, D., Villa, A., Bustamante, F., y Gonzáles, M. (2015). Process development and simulation of pectin extraction from orange peels. *Journals & Books of Food and Bioproducts Processing*, 96(1), 86-98. doi: <http://dx.doi.org/doi:10.1016/j.fbp.2015.06.006>.
- Catacora, P., & Azola, B. (1995). *Extracción y caracterización de Pectina a Partir de Desechos de Naranja (Citrus sinensis) por el Método de Precipitación con Cloruro de Aluminio* (tesis de pregrado). Universidad de San Agustín, Arequipa, Perú.
- Cerpa, M. (2007). *Hidrodestilación de Aceites Esenciales: Modelado y Caracterización*. (tesis doctoral). Universidad de Valladolid, Valladolid, España.
- Cerrón, S. y Cardona, A. (2011). Evaluación del proceso integral para la obtención de aceite esencial y pectina a partir de cáscaras de naranja. *Universidad de EAFTI*, 65-86. Recuperado de <http://www.redalyc.org/pdf/835/83521270004.pdf>.
- Ciriminna, R., Fidalgo, A., Delisi, R., Carnaroglio, D., Grillo, G., Cravotto, G., Tamburino, A., Ilharco, L., y Pagliaro, M. (2017). High-quality essential oils extracted by an ecofriendly process from different citrus fruits and fruit regions. *Journal of ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 5(6), 5578-5587. doi: 10.1021/acssuschemeng.7b01046
- Consejo Regulador de la Denominación de Origen Pisco. (2011). *Reglamento de la Denominación de Origen Pisco*. Lima, Perú.
- Cortez, A. (1973). *Extracción de aceites esenciales de la naranja variedad Valencia* (tesis de pregrado). Universidad Nacional Agraria La Molina, Lima, Perú.
- Cussianovich, K. (2016). *Obtención y caracterización de aguardiente de 40 °GL. a partir de gaseosas y néctares de descarte* (tesis de pregrado). Universidad Nacional Agraria La Molina, Lima, Perú.
- Chasquibol, N., Arroyo, E., y Morales, J. (2007). Extracción y caracterización de pectinas obtenidas a partir de frutos de la biodiversidad peruana. Lima, Perú: *Instituto de*

*investigación científica., Universidad de Lima.* Recuperado de <http://www.ulima.edu.pe/departamento/instituto-de-investigacion-cientifica/investigaciones-2012/extraccion-y-caracterizacion>

Decreto Legislativo N° 1065. (2008). *Decreto legislativo que modifica Ley N° 27314* (Ley General de Residuos Sólidos).

Decreto Legislativo N° 1278. (2016). *Decreto legislativo que aprueba la Ley de gestión integral de residuos sólidos.*

Devia, J. (2003). Proceso para producir pectinas críticas. *Revista Universidad EAFIT-Medellin, Colombia*, 1(29), 21-30. doi: [index.php/revista-universidad-eafit/article/view/918/823](http://index.php/revista-universidad-eafit/article/view/918/823)

Dicovski, L. (2008). *Estadística Básica.* Recuperado de [http://frrq.cvg.utn.edu.ar/pluginfile.php/2101/mod\\_resource/content/0/deposito\\_de\\_materiales/estadistica1\\_1\\_.pdf](http://frrq.cvg.utn.edu.ar/pluginfile.php/2101/mod_resource/content/0/deposito_de_materiales/estadistica1_1_.pdf)

Domenech, A. (2006). *Influencia de la maceración de orujos y corte de cabeza en el contenido de terpenos en Piscos de la variedad Italia (Vitis vinífera L. vari. Italia).* (tesis de pregrado). Universidad Nacional Agraria La Molina, Lima, Perú.

El Catador. (2019). *Licor de Tanghelo-naranja de 500 mL.* Recuperado de <https://www.elcatador.pe/producto/licor-de-tangelo-500ml/>

Fundación Española para el Desarrollo de la Nutrición Animal. (2015). *Aplicaciones de la Pulpa de Cítricos.*

Ferreira, A. (2007). Pectinas: Aislamiento, caracterización y producción a partir de frutas tropicales y de los residuos de su procesamiento industrial. *Universidad Nacional de Colombia*, 24(1), 24-82.

Ferreyra, M., Schwab, M., Gerard, L., Zapata, L. y Davies, C. (2009). Fermentación alcohólica de jugo de naranja con *S. cerevisiae*. Facultad de Ciencias de la Alimentación, Universidad Nacional de Entre Ríos (UNER). Argentina, 143–158 p. Recuperado de <http://www.scielo.org.ar/pdf/cdyt/n39/n39a08.pdf>.

Flanzy, C. (2000). Vinificación en tinto. En *Enología: fundamentos científicos y tecnológicos* (pp. 245-273). Madrid, España: Mundi Prensa Libros.

Gibson, M. y Newsham, P. (2018). Spirits. *Journals & Books of Food Science and the*

*Culinary Arts*, 20(1), 399-415. doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811816-0.00020-8>

- Golmohammadi, M., Alimohammad, B., Zenouzi, A., Ashraf, N. y Taherzadeh, M. (2018). Optimization of essential oil extraction from orange peels using steam explosion. *Journals & Books of Heliyon*, 4(11), 4-11. doi: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2018.e00893>
- Guzel, M., y Akpinar, O. (2019). Valorisation of fruit by-products: Production characterization of pectins from fruit peels. *Journals & Books of Food and Bioproducts Processing* 115(1), 126-133. doi: <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2019.03.009>
- Han, W., Meng, Y., Hu, Ch., Dong, G., Qu, Y., Deng, H., y Guo, Y. (2017). Mathematical model of Ca<sup>2+</sup> concentration, pH, pectin concentration and soluble solids (sucrose) on the gelation of low methoxyl pectin. *Journal & Books of Food Hydrocolloids*, 66(1), 37-48. doi: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.12.011>.
- Hatta, B. (2004). *Influencia de la fermentación con orujos en los componentes volátiles del pisco de uva Italia (Vitis vinífera L. variedad Italia)* (tesis de maestría). Universidad Nacional Agraria La Molina, Lima, Perú.
- Hours, A., Ferreyra, M., Schwab, M., Gerard, L., Zapata, M., y Davies, C. (2005). Caracterización fisicoquímica y microbiológica de jugos de naranja destinados a vinificación. *Ciencia, Docencia y Tecnología*, 219–239. doi: <http://www.redalyc.org/pdf/145/14503107.pdf>.
- Hua, X., Yang, H., Din, P., Chi, K., y Yang, R. (2018). Rheological properties of deesterified pectin with different methoxylation degree. *Journal of Food Bioscience*, 23(1), 91-99. Recuperado de <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2018.03.011>
- Infoagro. (2009). *La calidad del zumo de naranja*. Chile. Recuperado de [http://www.abcagro.com/citricos/informes/calidad\\_zumo.asp](http://www.abcagro.com/citricos/informes/calidad_zumo.asp).
- Ioan, B., y Mustata, F. (2011). Cellulose extraction from orange peel using sulfite digestion reagents. *Journals & Books of Bioresource Technology* 102(21), 10016. doi: [10.1016/j.biortech.2011.08.041](https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.08.041)
- Isique, J.C. (1986). *Extracción de pectina a partir de desechos industriales de maracuyá (Pasiflora Edulis var. Flavicarpa Regener)* (tesis de pregrado). Universidad Nacional

Agraria La Molina, Lima, Perú.

Jordán, M. (1999). *Constituyentes aromáticos del zumo de naranja: efecto del procesado industrial*. Recuperado de <https://digitum.um.es/xmlui/bitstream/10201/207/1/MJJordanBueso.pdf>.

Lafon, I., y Couillard, P. (1973). *Le cognac, SA destillation*. 5 ed. Francia: J.B. Bailliere et Fils.

Lamiable, D., Hoizey, G., Marty, H., y Vistelle, R. (2004). Acute metanol intoxication. NuevaYork, Estados Unidos: Hill. 252 p.

Li, M., Jin, Y., Wang, Y., Meng, L., Zhang, N., Jingfei, Sun, Y., Hao, J., Fu, K., y Sun, K. (2018). Preparation of *Bifidobacterium breve* encapsulated in low methoxyl pectin beads and its effects on yogurt quality. *Journal of American Dairy Science Association* 102(1), 1-12. doi: 10.3168/jds.2018-15597

Lodoño, J., Sierra, J., Álvarez, R., Restrepo, A., y Pássaro, C. (2011). *Aprovechamiento de los subproductos cítricos*. Medellin, Colombia. 367 p.

Mercado Libre Perú. (2019). *Aceite Esencial De Naranja 10mL Swiss Just*. Recuperado de <https://listado.mercadolibre.com.pe/aceite-esencial-naranja>

Mercado Libre Perú. (2019). *Pectina Cítrica 100% Pura Usp Grado Alimenticio por Kilogramo*. Recuperado de <https://listado.mercadolibre.com.pe/pectina-para-mermeladas>

Ministerio del Ambiente (2016). *Decreto Legislativo que aprueba la Ley de Gestión Integral de Residuos Sólidos*. Recuperado de <http://www.minam.gob.pe/disposiciones/decreto-legislativo-n-1278/>

Ministerio de Agricultura y Riego. (2017). *Análisis Económico de principales Frutas y Verduras*.

Monsivais, C. (2011). *Tequila the spirit of México: pruebas colorimétricas para asegurar la calidad del tequila*. México: Mexicana.

Norma Técnica Peruana. (1976). *Jugo de naranja: Requisitos* (NTP 203.004).

Norma Técnica Peruana. (2006). *Bebidas alcohólicas* (NTP 211.001).

Norma Técnica Peruana (2014). *Cítricos (mandarinas, tangelos, naranjas y toronjas): Requisitos* (NTP 011.023).

- Norma Técnica Peruana (2014). *Miel: Determinación del contenido de azúcar reductor* (NTP 209.172).
- Norma Técnica Peruana (2017). *Productos elaborados a partir de frutas y otros productos vegetales: determinación de la acidez* (NTP 203.070).
- OHAUS Corporation. (2002). Manual de instrucciones Analizador de humedad.
- Obenland, D., Collin, S., Mackey, B., Sievert, J., Fjeld, K., y Lu Arpaia, M. (2009). Determinants of flavor acceptability during the maturation of navel oranges. *Postharvest Biology and Technology*, 52(2), 156–163. Recuperado de <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925521409000040>
- Piñero, Z. (2005). *Desarrollo de nuevos métodos de extracción para el análisis de compuestos de interés enológico* (tesis doctoral). Universidad de Cádiz, Cádiz, España. Recuperado de <http://minerva.uca.es/publicaciones/asp/docs/tesis/zpineiromendez.pdf>
- Rehman, S., Ahad, A., Ahmad, I., y Ghaffoor, A. (1983). Qualitative aspects of various cultivars of sweet oranges (*Citrus sinensis*). *Pakistán J. Agric*, 4(28), 22-28. Recuperado de <https://www.cabi.org/gara/FullTextPDF/2009/20093349281.pdf>.
- Ribereau-Gayón, J. (1980). *Enología: Transformaciones y tratamientos de los vinos*. España: Salvat. 520 p.
- Rodriguez, R. (2008). Elaboración artesana de aguardiente de sidra. *Tecnología Agroalimentaria*, 5 (1), 32-36.
- Rueda, Y., Mancilla, L., y Parada, D. (2007). Estudio del aceite esencial de la cáscara de la naranja dulce (*Citrus Sinensis*, variedad Valenciana) cultivada en Labateca (Norte de Santander, Colombia). *Universidad de Pamplona*, 1(1): 6-8.
- Senit, J., Velasco, D., Gómez M., Sanchez-Barba, M., Toledo, J., Santos, V., y Ladero, M. (2019). Orange peel waste upstream integrated processing to terpenes, phenolics, pectin and monosaccharides: Optimization approaches. *Journal & Books of Industrial Crops and Products*, 134(1), 370–381. doi:10.1016/j.indcrop.2019.03.060
- Schwan, R., Santos, C., Duarte, W., y Carreiro, S. (2013). Inoculated fermentation of orange juice (*Citrus sinensis L.*) for production of a citric fruit spirit. *Journals of Institute of Brewing & Distilling*, 119(4), 280–287. doi: 10.1002/jib.89
- Schvab, M., Ferreyra, M., Gerard, M., y Davies, C. (2013). Parámetros de Calidad de jugos

de naranja Entrerrianas. *Rev. Iber. Tecnología Postcosecha*, 14(1), 85-92.

Sierra Exportadora y Selva Exportadora. (2018). *Programa Nacional de destilados del Perú: Avance Agosto- Diciembre*. Recuperado de

<http://www.freshplaza.es/article/94165/Per%C3%BA-podr%C3%ADa-destinar-160.000-toneladas-de-frutas-para-elaborar-destilados>.

Stashenko, E. (2009). Aceites esenciales: Propiedades y Caracterización. *Rev. Col. de Investigaciones de Especies aromáticas y Medicinales Tropicales*, 8(1), 21-180. Recuperado de <http://cenivam.uis.edu.co/cenivam/documentos/libros/1.pdf>

Toledo, V.H.J. (2012). *Evolución de los Componentes Volátiles del Pisco Puro Quebranta (Vitis vinífera L. var. Quebranta) obtenido de la Destilación en Falca y Alambique a Diferentes Condiciones de Aireación durante la Etapa de Reposo* (tesis de pregrado). Universidad Nacional Agraria La Molina, Lima, Perú.

Tovar, A., Godínez, L., Espejel, A., Ramírez, R.M. y Robles, I. (2019). Optimization of the integral valorization process for orange peel waste using a design of experiments approach: Production of high-quality pectin and activated carbon. *Journals & Books of Waste Management*, 85(1), 202–213. doi:10.1016/j.wasman.2018.12.029

Valencia, F. (2010). *Enología: vinos, aguardientes y licores*. España: Vértice. 234 p.

Valenzuela, M. (2002). *Política de destilación y calidad aromática del destilado* (tesis de pregrado). Chile, Universidad Católica de Chile.

Wiśniewska, P., Śliwińska, M., Dymerski, T., Wardencki, W., y Namieśnik, J. (2016). The analysis of raw spirits – a review of methodology. *Journal of the Institute of Brewing*, 122(1), 5-10. doi: <https://doi.org/10.1002/jib.288>

## VIII. ANEXOS

### ANEXO 1: REGISTRO DE HUMEDAD

- **CÁSCARA DE NARANJA RESIDUAL *W. Navel***

En la siguiente Tabla 17 se muestra el registro de humedad realizadas a la cáscara de naranja.

**Tabla 17: Registro de humedad de las cáscaras de naranja**

Repetición	Humedad (%)
R1	82.30
R2	81.90
R3	82.20
$\bar{x}$	<b>82.13</b>

- **BAGAZO**

En la siguiente Tabla 18 se muestra el registro de humedad de bagazo (sin aceite esencial), después del secado.

**Tabla 18: Registro de humedad del bagazo**

Repetición	Humedad (%)
R1	11.86
R2	11.92
R3	10.67
$\bar{x}$	<b>11.48</b>

## ANEXO 2: REGISTRO DE HUMEDAD, ACIDEZ, pH, °BRIX, DENSIDAD, AZUCARES REDUCTORES Y GL PROBABLE DEL JUGO DE NARANJA RESIDUAL

En la Tabla 19 se muestran los registros para los siguientes parámetros fisicoquímicos: pH, °Brix, densidad, acidez total, azúcares reductores, azúcares totales y grado alcohólico probable del jugo de naranja residual, recién extraído.

**Tabla 19: Registro de parámetros fisicoquímicos**

Parámetro	Repetición			Promedio
	R1	R2	R3	$\bar{x}$
pH	3.60	3.57	3.55	3.57
° Bx	12.0	12.0	13.0	12.33
Densidad a 20 °C	1.039	1.040	1.041	1.040
Acidez total (%)	0.96	1.02	1.15	1.05
Azúcares reductores (g/L)	12.1	12.3	12.5	12.30
Azúcares Totales (g/L)	93.5	98.6	102.0	98.03
°GL probable	5.5	5.8	6.0	5.77

En la Tabla 19 muestran las densidades de cada repetición ya corregidas a 20 °C. Así, cuando la temperatura es mayor a la de la calibración (20 °C), se registra una mayor densidad por lo que se debe hacer una resta (0.004 °GL por 1 °C), según lo indicado en las tablas del mostímetro. Contrario a esto, cuando la temperatura es menor a 20 °C, se debe suma 0.004 °GL por cada 1 °C.

Para el cálculo de acidez total, expresado en ácido cítrico anhidro (%), se utilizó la siguiente fórmula:

$$Acidez\ total\ (\%) = \frac{V(ml) * N * meq}{V'(ml)} * 100$$

En donde,

**V:** Volumen de la solución de hidróxido de sodio empleado en la titulación, en mililitros.

**V':** Volumen de la muestra del jugo de naranja, en mililitros.

**N:** Normalidad de la solución de hidróxido de sodio.

**meq:** Miliequivalentes del ácido en términos del cual se expresa la acidez, sabiendo que: 1 ml de la solución 1 N de álcali equivale a 0.064 g ácido cítrico anhidro.

### **ANEXO 3: RENDIMIENTO DE JUGO, CÁSCARA, BAGAZO, DESTILADO ALCOHÓLICO, ACEITE ESENCIAL Y PECTINA DE ALTO METOXILO**

#### **• RENDIMIENTO DE JUGO, CÁSCARA Y BAGAZO**

En la Tabla 20 se muestran los registros de rendimiento de jugo, cáscaras (incluye el albedo) y el bagazo a partir de las naranjas residuales.

**Tabla 20: Registros de rendimientos de jugo, cáscara y bagazo de naranjas residuales (var. *Washington Navel*)**

	Rendimiento % (p/p)			Promedio	Desv. Están.	Coef. Variac.
	R1	R2	R3	$\bar{x}$	$\pm SD$	C.V.
Jugo de naranja	62.43	63.58	61.88	62.63	0.87	1.39%
Cáscaras	25.43	21.13	23.75	23.44	2.16	9.24%
Bagazo	12.15	15.29	14.37	13.93	1.61	11.58%

Donde, C.V: Coeficiente de variación

SD: Desviación estándar

#### **• RENDIMIENTO DE DESTILADO ALCOHÓLICO Y G.L. CORREGIDO**

En la Tabla 21 se muestran los registros del rendimiento del destilado alcohólico a partir de mosto fermentado, estos rendimientos fueron obtenidos, después de separar el 10 por ciento de la cabeza en proceso de destilación.

**Tabla 21: Registro del rendimiento del destilado alcohólico**

N°	Repetición	Rendimiento (%)
<i>Batch 01</i>	R1	7.73
	R2	7.54
	R3	7.67
<i>Batch 02</i>	R1	7.00
	R2	7.49
	R3	7.33
<i>Batch 03</i>	R1	7.45
	R2	7.58
	R3	7.63
<b>±SD</b>		<b>0.22</b>
<b>PROMEDIO(<math>\bar{x}</math>)</b>		<b>7.49</b>
<b>C.V.</b>		<b>2.94</b>

Donde, CV: Coeficiente de variación

SD: Desviación estándar

• **RENDIMIENTO DE ACEITE ESENCIAL**

En la Tabla 22 se muestran los registros del rendimiento de aceite esencial a partir de las cáscaras de naranja frescas.

**Tabla 22: Registro del rendimiento del aceite esencial**

Repetición	Rendimiento	Humedad (%)	Rendimiento
	B.H. (%)		B.S. (%)
R1	0.69	82.3	3.87
R2	0.66	81.9	3.63
R3	0.64	82.2	3.57
±SD	0.03	---	0.03
PROMEDIO ( $\bar{x}$ )	0.66	82.13	3.69
C.V.	3.80	---	0.68

Donde, CV: Coeficiente de variación

SD: Desviación estándar

Para el cálculo de los rendimientos en base seca (bs), se utilizó la siguiente fórmula:

$$B.S. (\%) = \frac{(B.H. \%)}{(100 - H)\%}$$

En donde,

(BH %): porcentaje de humedad en base húmeda y H es la

H: Humedad de la cáscara fresca

- **RENDIMIENTO DE PECTINA DE ALTO METOXILO**

En la Tabla 23 se muestran los registros del rendimiento de pectina de alto metoxilo a partir del bagazo una vez extraído el aceite esencial.

**Tabla 23: Registro del rendimiento de pectina de alto metoxilo**

Repetición	Rendimiento (%)	
	Bagazo	
	BH	BS
R1	11.88	13.48
R2	15.98	18.14
R3	12.37	13.85
±SD	2.24	2.59
$\bar{x}$	13.41	15.16
C.V.	16.70	17.11

Donde, CV: Coeficiente de variación

SD: Desviación estándar

Para el cálculo de los rendimientos en base seca (bs), se utilizó la siguiente fórmula:

$$B.S. (\%) = \frac{(B.H. \%)}{(100 - H)\%}$$

En donde,

(BH %): Porcentaje de humedad en base húmeda

H: Humedad del bagazo después del secado

#### **ANEXO 4: CORRECCIÓN DEL GRADO ALCOHÓLICO DEL DESTILADO**

Se realizó la determinación del grado alcohólico del cuerpo del destilado, según la metodología indicada en el trabajo académico, obteniéndose los resultados que se muestran en la Tabla 24 para cada *batch*.

**Tabla 24: Registro de grado alcohólico corregido a 20 °C**

	°GL @	°GL a 20°C	N° de <i>batch</i>
R1	41 a 20°C	41.0	
R2	41 a 21°C	40.6	<i>Batch 01</i>
R3	41 a 22°C	40.2	
R4	41 a 19°C	41.4	
R5	41 a 21°C	40.6	<i>Batch 02</i>
R6	41 a 20°C	41.0	
R7	41 a 19°C	41.4	
R8	41 a 21°C	40.6	<i>Batch 03</i>
R9	41 a 19°C	41.4	
Promedio ( $\bar{X}$ )	----	40.91	----
$\pm$ SD	----	0.44	----

Donde, °G.L.: grado alcohólico Gay- Lussac.

SD: Desviación estándar

En la Tabla 24 se colocaron los datos del grado alcohólico con la temperatura que se registró al momento de medir el grado alcohólico. El alcoholímetro está calibrado a 20 °C, debido a esto, posteriormente se realizaron las correcciones para obtener el real grado alcohólico de los mostos alcohólicos. Cuando la temperatura es mayor a la de la calibración, se registra un mayor grado alcohólico por lo que se debe hacer una resta (0.40 °GL por 1 °C), según lo indicado en las tablas del alcoholímetro. Contrario a esto, cuando la temperatura es menor a 20 °C, se debe suma 0.40 °GL por cada 1 °C.

## **ANEXO 5: BALANCE DE MASA PARA CADA *BATCH***

- ***Batch 01***

La siguiente Tabla 25, muestran el balance de masa para 100 kg de naranja residuales (var. *Washington Navel*) iniciales, resultando en cada etapa los siguientes productos: 4.78 L de aguardiente, 0.26 L de aceite esencial y 4.44 kg de pectina (masa saliente).

**Tabla 25: Balance de masa para el *batch* 01**

<b>Balance</b>		<b>(unidad)</b>		<b>(unidad)</b>	
	Masa entra	100	kg naranja		
		37.57	kg cáscara	-	-
Destilado		<b>0.0</b>	<b>kg de pepa</b>		
alcohólico	masa sale			<b>4.78</b>	<b>L de aguardiente</b>
		62.43	kg de jugo	<b>57.65</b>	<b>L cabeza, cola, otros</b>
	masa entra	37.57	kg cáscara	-	-
Aceite			<b>L aceite</b>		
esencial	masa sale	<b>0.26</b>	<b>esencial (0.23</b>	-	-
			<b>kg de a.e.)</b>		
		37.34	kg bagazo	-	-
	masa entra	37.34	kg bagazo	-	-
		<b>4.44</b>	<b>kg pectina</b>	-	-
Pectina	masa sale	<b>32.91</b>	<b>ceras, celulosa,</b>	-	-
			<b>hemicelulosa,</b>		
			<b>otros.</b>		
<b>TOTAL</b>		<b>100</b>	<b>kg</b>		

- **Batch 02**

La siguiente Tabla 26, muestran el balance de masa para 100 kg de naranja residuales (var. *Washington Navel*) iniciales, resultando en cada etapa los siguientes productos: 4.63 L de aguardiente, 0.24 L de aceite esencial y 5.79 kg de pectina (masa saliente).

**Tabla 26: Balance de masa para el *batch* 02**

<b>Balance</b>		<b>(unidad)</b>		<b>(unidad)</b>	
Destilado alcohólico	Masa entra	100	kg naranja		
		36.42	kg cáscara	-	-
		<b>0.95</b>	<b>kg de pepa</b>		
	masa sale			<b>4.63</b>	<b>L de aguardiente</b>
	63.58	kg de jugo		<b>58.96</b>	<b>L cabeza, cola, otros</b>
<hr/>					
Aceite esencial	masa entra	36.42	kg	-	-
			<b>L aceite</b>		
	masa sale	<b>0.24</b>	<b>esencial (0.21</b>	-	-
		<b>kg de a.e.)</b>			
	36.20	kg bagazo	-	-	
<hr/>					
Pectina	masa entra	36.20	kg bagazo	-	-
		<b>5.79</b>	<b>kg pectina</b>	-	-
	masa sale	<b>30.42</b>	<b>ceras, celulosa, hemicelulosa,</b>	-	-
		<b>otros.</b>			
<hr/>					
<b>TOTAL</b>		<b>100</b>	<b>kg</b>		

- **Batch 03**

La siguiente Tabla 27, muestran el balance de masa para 100 kg de naranja residuales (var. *Washington Navel*) iniciales, resultando en cada etapa los siguientes productos: 4.53 L de aguardiente, 0.25 L de aceite esencial y 6.06 kg de pectina (masa saliente).

**Tabla 27: Balance de masa para el *batch* 03**

<b>Balance</b>		<b>(unidad)</b>		<b>(unidad)</b>	
Destilado alcohólico	Masa entra	100	kg naranja		
		38.12	kg cáscara	-	-
		<b>0.86</b>	<b>kg de pepa</b>		
	masa sale			<b>4.53</b>	<b>L de aguardiente</b>
	61.88	kg de jugo		<b>57.35</b>	<b>L cabeza, cola, otros</b>
<hr/>					
Aceite esencial	masa entra	38.12	kg	-	-
			<b>L aceite</b>		
	masa sale	<b>0.25</b>	<b>esencial (0.22</b>	-	-
		<b>kg de a.e.)</b>			
	37.90	kg bagazo	-	-	
<hr/>					
Pectina	masa entra	37.90	kg bagazo	-	-
		<b>6.06</b>	<b>kg pectina</b>	-	-
	masa sale	<b>31.84</b>	<b>ceras, celulosa, hemicelulosa,</b>	-	-
		<b>otros.</b>			
<hr/>					
<b>TOTAL</b>		<b>100</b>	<b>kg</b>		

#### **ANEXO 6: INSUMOS, REACTIVOS, MATERIALES Y EQUIPOS**

Se determinó los insumos, reactivos, materiales y equipos en cantidades utilizadas y costos de producción para cada etapa (sub total) y el total en soles para determinar el costo total de producción del aguardiente, aceite esencial y pectina; resultando S/ 1852 en todo el proceso integral de la naranja los cuales se muestran en la siguiente Tabla 28.

**Tabla 28: Cantidad de insumos, reactivos, materiales y equipos para la extracción de aguardiente, aceite esencial y pectina**

<b>Proceso</b>		<b>Cantidad (q)</b>	<b>Costo unitario (S/)</b>	<b>Costo total</b>	
DESTILACIÓN (Aguardiente)	<b>Insumos</b>				
		Levaduras (paquete)	2	5	10
		Fosfato de amonio	1	5	5
	<b>Instrumentos/material</b>				
		Probeta de 250 mL	1	58	58
		Bidón plástico	6	5	30
		Peladora manual	1	40	40
		Manguera automotriz	1	24	24
		Frascos de vidrio	6	3	18
		Cinta embalaje	1	3	3
		<b>Carnet de tesista</b>	1	100	100
	<b>Equipo (alquiler)</b>				
		Alambique de cobre	3	50	150
		Exprimidora automática	3	30	90
	<b>Reactivos</b>				
	Hidróxido de Sodio	1	26	26	
	Fenolftaleína	1	5	5	
			<b>Sub total (S/)</b>	<b>559</b>	
ACEITES ESENCIALES	<b>Materiales</b>				
		Frascos de vidrio	5	2	10
		Sulfato de sodio anhidro	2	80	160
	<b>Otros</b>				
		Transporte-taxi	1	45	45
		Mano de obra	2	15	30
	Gas	1	35	35	
			<b>Sub total (S/)</b>	<b>280</b>	
PECTINA	<b>Reactivos</b>				
		Ácido clorhídrico GA	12	39	468
		Alcohol (litro)	17	30	510
	<b>Materiales</b>				
		Tela para filtro	1	8	8
		Bandejas	3	7	21
		Placas petri	3	2	6
			<b>Sub total (S/)</b>	<b>1013</b>	
			<b>TOTAL</b>	<b>1852</b>	