

UNIVERSIDAD PRIVADA DE TACNA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL



INFORME DE TESIS

**“APROVECHAMIENTO DE LAS CABEZAS DEL DESTILADO
DE PISCO DE UVA NEGRA CRIOLLA MEDIANTE
REDESTILACIÓN PARA LA ELABORACIÓN DE ANISADO”**

PARA OPTAR:

TITULO PROFESIONAL DE INGENIERO

PRESENTADO POR:

Bachiller Enrique Alexander CONCHA PEREIRA

TACNA – PERÚ

2018

UNIVERSIDAD PRIVADA DE TACNA

FACULTAD DE INGENIERÍA

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL

TESIS

“APROVECHAMIENTO DE LAS CABEZAS DEL DESTILADO DE PISCO DE UVA NEGRA CRIOLLA MEDIANTE REDESTILACIÓN PARA LA ELABORACIÓN DE ANISADO”

Tesis sustentada y aprobada el 30 de mayo del 2018; estando el jurado calificador integrado por:

PRESIDENTE:



MSc. Raúl CARTAGENA CUTIPA

SECRETARIO:



Dr. Ing. Efrén Eugenio CHAPARRO MONTOYA

VOCAL:



Ing. Jorge Karim CACERES SANCHEZ

ASESOR:



MSc. Norman Tomás DELGADO CABRERA

DECLARACIÓN JURADA DE ORIGINALIDAD

Yo, Enrique Alexander CONCHA PEREIRA, en calidad de Bachiller de la Escuela Profesional de Ingeniería Agroindustrial de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Privada de Tacna, identificado (a) con DNI N° 41567149.

Declaro bajo juramento que:

1. Soy autor (a) de la tesis titulada:
"Aprovechamiento de las cabezas del destilado de Pisco de uva Negra Criolla mediante redestilación para la elaboración de anisado", la misma que presento para optar el Título Profesional de Ingeniero Agroindustrial.
2. La tesis no ha sido plagiada ni total ni parcialmente, para la cual se han respetado las normas internacionales de citas y referencias para las fuentes consultadas.
3. La tesis presentada no atenta contra derechos de terceros.
4. La tesis no ha sido publicada ni presentada anteriormente para obtener algún grado académico previo o título profesional.
5. Los datos presentados en los resultados son reales, no han sido falsificados, ni duplicados, ni copiados.

Por lo expuesto, mediante la presente asumo frente a LA UNIVERSIDAD cualquier responsabilidad que pudiera derivarse por la autoría, originalidad y veracidad del contenido de la tesis, así como por los derechos sobre la obra y/o invención presentada. En consecuencia, me hago responsable frente a LA UNIVERSIDAD y a terceros, de cualquier daño que pudiera ocasionar, por el incumplimiento de lo declarado o que pudiera encontrar como causa del trabajo presentado, asumiendo todas las cargas pecuniarias que pudieran derivarse de ello en favor de terceros con motivo de acciones, reclamaciones o conflictos derivados del incumplimiento de lo declarado o las que encontrasen causa en el contenido de la tesis, libro y/o invento.

De identificarse fraude, piratería, plagio, falsificación o que el trabajo de investigación haya sido publicado anteriormente; asumo las consecuencias y sanciones que de mi acción se deriven, sometiéndome a la normatividad vigente de la Universidad Privada de Tacna.

Tacna, 30 de Mayo del 2018



Enrique Alexander CONCHA PEREIRA

DNI N° 41567149

DEDICATORIA

- Dedico este trabajo primeramente a Dios, por darme la oportunidad de vivir y haber puesto en mi vida a unos seres tan especiales como son mis padres Daniel y Lourdes, quienes no desmayo nunca durante mi crianza, por inculcarme valores y principios, que nunca olvidaré y aplicare durante toda mi vida.
- A mi esposa Susana por haberme apoyado durante la ejecución de este proyecto y no dudar de mi capacidad, porque siempre creyó en mí.
- A mi hijo Benjamín Gadiel, por ser mi motivo de seguir adelante en cada momento.

AGRADECIMIENTOS

- Al MSc. Tomás DELGADO CABRERA, mi asesor, por su valiosa orientación.
- A mis docentes y a todas las personas que me motivaron a continuar con este reto de realizar un trabajo de investigación y por cooperar en darme información para poderla concluir.

Muchas gracias

ÍNDICE GENERAL

	Pag.
PAGINA DE JURADO	i
DECLARACIÓN DE ORIGINALIDAD	ii
DEDICATORIA	iii
AGRADECIMIENTO	iv
INDICE GENERAL	v
INDICE DE TABLAS Y FIGURAS	vii
INDICE DE ANEXOS	viii
RESUMEN	ix
ABSTRACT	x
INTRODUCCIÓN	1
CAPITULO I	
PLANTEAMIENTO DE INVESTIGACIÓN	
1.1. Planteamiento del problema	2
1.2. Formulación del problema	3
1.2.1. Problema general	3
1.2.2. Problemas específicos	3
1.3. Justificación	3
1.4. Alcances y limitaciones	4
1.5. Objetivos	4
1.5.1. Objetivo general	4
1.5.2. Objetivos específicos	4
1.6. Hipótesis	4
1.6.1. Hipótesis global	4
1.7. Variables	4
1.7.1. Identificación de variables	4

1.8.	Diseño de la investigación	5
1.8.1.	Diseño experimental	5
1.8.2.	Población y muestra	7
1.8.3.	Técnicas e instrumentos para recolección de datos	7
1.8.4.	Análisis de datos	8
1.8.5.	Selección de pruebas estadísticas	9
CAPITULO II MARCO TEORICO		
2.1.	Antecedentes del problema	10
2.2.	Bases teóricas	12
2.2.1.	Destilación	12
2.2.2.	Anís	20
2.2.3.	Anisados	21
2.2.4.	Análisis sensorial	23
CAPITULO III MATERIALES Y METODOS		
3.1.	Lugar de ejecución de la investigación	26
3.2.	Muestra de estudio	26
3.3.	Diseño de la investigación	26
3.4.	Materiales y métodos	26
3.4.1.	Materiales y reactivos	26
3.5.	Equipos	26
3.6.	Reactivos	27
3.7.	Metodología	27
3.8.	Técnicas e instrumentos para recolección de datos	28
3.9.	Procesamiento y análisis de datos	29
3.9.1.	Procesamiento estadístico	29
CAPITULO IV RESULTADOS		
4.1.	Análisis fisicoquímico	30
4.2.	Análisis de rendimiento	35
4.3.	Aceptabilidad	37
CAPITULO V DISCUSIÓN		
5.	Discusión	40
CAPITULO VI CONCLUSIONES		
6.	Conclusiones	41
CAPITULO VII RECOMENDACIONES		
7.	Recomendaciones	42
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS		43
ANEXOS		45

ÍNDICE DE TABLAS Y FIGURAS

Tabla	1.	Variables independientes	5
Figura	1.	Diagrama de flujo para la obtención de anisado a partir de fracciones de cabeza de destilado de pisco de negra	6
Tabla	2.	Delineamiento experimental.....	8
Figura	2.	Evolución del grado alcohólico durante la destilación de los vinos base elaborados CO y SO.....	14
Figura	3.	Evolución de los componentes volátiles del pisco durante la destilación	15
Figura	4.	Evolución del ácido acético durante la destilación	19
Tabla	3.	Características de los distintos tipos de anisados.....	22
Figura	5.	Etapas de la investigación.....	27
Tabla	4.	Determinación de la densidad del anisado por picnometría.....	30
Tabla	5.	Relación de la densidad de las muestras de anisado y el volumen destilado	31
Tabla	6.	Relación de la densidad de las muestras de anisado y el rendimiento del destilado	32
Tabla	7.	Relación de la densidad de las muestras de anisado y el análisis sensorial del destilado	34
Tabla	8.	Determinación del rendimiento de alcohol recuperado en la destilación de las fracciones de cabeza para la producción de anisado	35
Tabla	9.	Fracciones de destilado del anisado	36
Tabla	10.	Relación del rendimiento de las muestras de anisado y el análisis sensorial del destilado para Rendimiento	36
Tabla	11.	Análisis de Varianza para Resultado - Suma de Cuadrados Tipo III	37
Tabla	12.	Pruebas de Múltiple Rangos para Resultado por Muestras Método: 95.0 porcentaje LSD	38
Figura	6.	Representación de muestras por su aceptación	39

ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo	1		4
o	.	Fotografías del trabajo de investigación	6
Anexo	2	Resultados de la determinación del porcentaje de humedad del	5
o	.	anís	3
Anexo	3		5
o	.	Resultados del análisis sensorial	4
Anexo	4		5
o	.	Norma Técnica Peruana. Anís o Anisado	5

RESUMEN

La presente tesis realizó el aprovechamiento de las fracciones de cabeza del destilado de pisco de uva Negra Criolla, mediante redestilación, para la elaboración de anisado. Evaluando la influencia del grado alcohólico de las fracciones de cabeza y la concentración de anís en el rendimiento, así como las características fisicoquímicas y aceptabilidad del anisado. Se utilizó un diseño de investigación de tipo experimental para determinar el efecto de los dos factores (mezclas de fracciones de cabeza y anís) sobre las características fisicoquímicas y sensoriales del anisado, mediante un panel de catadores entrenados con una ficha de cata de preferencia con escala hedónica estructurada de 1 a 9 puntos. Para la cantidad de variables independientes elegidas se utilizó el diseño experimental, de vértices extremos el cual estudió el efecto de tres componentes en 7 corridas. El diseño se ejecutó en un solo bloque. El orden de los experimentos fue aleatorio. Para la optimización de la elaboración del destilado se empleó el método de la función deseada. Las fracciones de cabeza de la destilación del pisco de uva Negra Criolla presentaron un grado alcohólico de 61° GL y una densidad de 1.5228. Las siete muestras analizadas, presentaron una relación estadísticamente significativa entre la densidad y el volumen, densidad y rendimiento, así como densidad y análisis sensorial del anisado, con un nivel de confianza del 95.0%. Así mismo existe una relación estadísticamente significativa entre el rendimiento y el análisis sensorial. La aceptabilidad analizada da como resultado que la muestra 5 con proporción 20:79:01 (cabeza, agua y anís), presenta la mayor aceptación, con valoración de 6.54 en una escala hedónica de 1 a 9. Se logró aprovechar las fracciones de cabeza del destilado de pisco de uva Negra Criolla mediante redestilación para la elaboración de anisado.

PALABRAS CLAVE: Anisado, Pisco, Cabeza, Redestilación.

ABSTRACT

The present thesis used Criolla Negra pisco distillate head fractions, by redistillation, for the production of anisette. Evaluating the influence of the head fractions alcoholic strength, the concentration of anise in the product, as well as the physicochemical characteristics and acceptability of the aniseed. An experimental research design was used to determine the effect of the two factors (mixtures of head and anise fractions) on the physicochemical and sensory characteristics of the anisette, by means of a panel of trained tasters with a tasting sheet of preference with a scale structured hedonic of 1 to 9 points. The experimental design of extreme vertices was used for the selected number of independent variables, which studied the effect of three components in 7 runs. The design was executed in a single block, and the order of the experiments was random. The method of the desired function was used to optimize the distillation process. The head fractions of the Criolla Negra Pisco distillation showed an alcoholic degree of 61 ° GL, and a density of 1.5228. The seven samples analyzed presented a statistically significant relationship between density and volume, density and product, as well as density and sensory analysis of the anisette, with a confidence level of 95.0%. Likewise, there is a statistically significant relationship between product and sensory analysis. The analyzed acceptability provided results that sample 5 with a 20:79:01 proportion (head, water and anise), has the highest acceptance, with a rating of 6.54 on a hedonic scale of 1 to 9. It was possible to take advantage of the head fractions of Black Creole grape pisco distillate by redistillation for the production of anisette.

KEYWORDS: Aniseed, Pisco, Head, Redistillation.

INTRODUCCIÓN

La semilla de anís era considerada, por egipcios, griegos y romanos, un remedio eficaz contra afecciones gastrointestinales. El nacimiento del anís (anisado) no es del todo claro. Unos lo sitúan en Provenza y Aquitania, otros en tiempos de Adberramán III, gran aficionado a los alambiques y convencido de las virtudes del anís. Pero lo que parece más probable es que fueran los holandeses, que tenían la exclusividad en el comercio de la badiana (anís estrellado o de China) y eran grandes maestros en la destilación del vino, los que extendieron el gusto por este tipo de aguardiente (Jurado, 2004).

El mercado actual exige contar con empresas pisqueras competitivas, más allá de las ventajas comparativas que las posicionan tímidamente, es el agregar valor y reducir costos lo que las impulsa a horizontes más prometedores, en este sentido es importante aprovechar las fracciones de cabeza del destilado del pisco, para la producción de aguardientes que diversifiquen la oferta de las empresas en el mercado, generando ingresos y aumentando la rentabilidad del sector.

La presente investigación, consiste en el aprovechamiento de las fracciones de cabeza del destilado de pisco de uva Negra Criolla mediante redestilación para la elaboración de anisado.

En el capítulo I, se presenta el planteamiento del problema; el capítulo II el marco teórico referido a los antecedentes, bases teóricas y definiciones de la investigación; el capítulo III se observa los materiales y métodos; el capítulo IV se describen los resultados, en el capítulo V finalmente se redactan las conclusiones, recomendaciones y anexos.

CAPITULO I

PLANTEAMIENTO DE INVESTIGACIÓN

Planteamiento del Problema

Actualmente la región de Tacna cuenta con 1,680 empresas formales instaladas que operan activamente, de las mismas que sólo el 21,07 % se dedican a la Agroindustria, de estas 358 empresas, las vitivinícolas son 52 empresas que representa el 14,53 % y las empresas de destilación y mezcla de bebidas alcohólicas identificadas como productoras de pisco, que son 18 con el 4,47 %, entre otros productores. (Gobierno Regional de Tacna, 2009)

Por lo tanto puede observarse baja competitividad en la industria del pisco en Tacna, para acceder a mercados exigentes, nacionales e internacionales. Este problema se refleja en los altos costos de la materia prima que se encuentran en un promedio de s/. 1.87 Soles, para el valle de Tacna, mientras que puede llegar a costar S/. 1,10 Soles en el valle de Ica, procesos enológicos inadecuados pueden aumentar innecesariamente el uso de materia prima que puede ser de 5,8726 a 8,8679 kg de uva/litro de pisco a 40,5 °GL (Pallardel, 2009) y de tecnologías de destilación poco eficientes, desaprovechamiento de los sub productos, como las fracciones de cabeza que significan el 12 % del alcohol probable.

Las empresas pisqueras, creadas durante los últimos años, pueden perder ingresos al no optimizar sus recursos, perdiéndose la oportunidad de ganar competitividad y desarrollar la agroindustria en la región.

Puede mejorarse este panorama, brindando al productor pisquero nuevas herramientas tecnológicas que mejoren sus ingresos, a través de la

recuperación de los alcoholes perdidos en los sub productos de la destilación, controlando las concentraciones de alcohol etílico de cada sub producto y a través de un proceso de redestilación, obteniendo un destilado que puede usarse en producción de anisados.

Formulación del Problema

1.2.1. Problema General

- ¿Se podría aprovechar las fracciones de cabeza del destilado de pisco de uva Negra Criolla mediante redestilación para la elaboración de anisado?

1.2.2. Problemas Específicos

- ¿Se podría analizar las fracciones de cabeza de pisco de uva Negra Criolla?
- ¿Es posible elaborar y analizar fisicoquímicamente las muestras de anisado?
- ¿Cuál es la aceptabilidad de las muestras de anisado elaboradas con fracciones de cabeza de pisco de uva Negra Criolla?

Justificación

- **Técnico científica:** El estudio permitirá evaluar la influencia del grado alcohólico de las fracciones de cabeza y la concentración de anís en la destilación de las fracciones de cabeza del pisco de uva negra criolla, en las características fisicoquímicas y sensoriales del anisado.
- **Social:** El estudio ayudará a los productores de pisco a mejorar su competitividad al diversificar su oferta de licores al obtener anisado de buena calidad y aceptabilidad.
- **Económico:** La mejora en la competitividad de las empresas pisqueras contribuirá a que los productores de pisco tengan mayores ventas e ingresos.

Alcances y Limitaciones

- **Alcances:** El tema de investigación estará a nivel de laboratorio y referido al anisado en base a fracciones de cabeza de destilado de pisco de uva negra criolla del valle de Tacna.
- **Limitaciones:** La principal limitación encontrada es que no se cuenta con los equipos y reactivos de laboratorios donde se puedan realizar todos los análisis fisicoquímicos necesarios.

Objetivos

1.5.1. Objetivo general

Aprovechar las fracciones de cabeza del destilado de pisco de uva Negra Criolla mediante redestilación para la elaboración de anisado.

1.5.2. Objetivos específicos

- Analizar las fracciones de cabeza de pisco de uva Negra Criolla.
- Elaborar y analizar fisicoquímicamente las muestras de anisado.
- Evaluar la aceptabilidad de las muestras de anisado elaboradas con fracciones de cabeza de destilado de pisco de uva Negra Criolla.

Hipótesis

1.6.1. Hipótesis global

- Las fracciones de cabeza del destilado de pisco de uva Negra Criolla se aprovechan mediante la redestilación para la elaboración de anisado.

Variables

1.7.1. Identificación de Variables

a) Variables Independientes

- Cabeza (%Vol/Vol).
- Anís (%Vol/Vol).

Tabla 1. Variables Independientes.

Variables	Niveles		
	Mínimo -1	Intermedio 0	Máximo +1
Cabeza (% en la mezcla)	50 %	30 %	10 %
Anís (% en la mezcla)	1 %	5 %	10 %

Fuente: Elaboración propia.

b) Variables Dependientes

- Rendimiento.
- Anisado.
- Análisis fisicoquímico.
- Aceptabilidad.

Indicadores de las variables dependientes

a) **Grado alcohólico:** Según Norma Técnica Peruana

b) **Densidad picnométrica:** Según Norma Técnica Peruana

c) **Características sensoriales:** Aspecto general, color, olor, sabor, equilibrio e intensidad aromática en una escala hedónica de 1 a 9 puntos.

Diseño de la Investigación

1.8.1. Diseño experimental

Se utilizó un diseño de investigación de tipo experimental para determinar el efecto de los dos factores (mezclas de cabeza y anís) sobre las características fisicoquímicas y sensoriales del anisado, la figura 1 se muestra el diseño de investigación aplicado, destacando a los factores o variables en estudio.

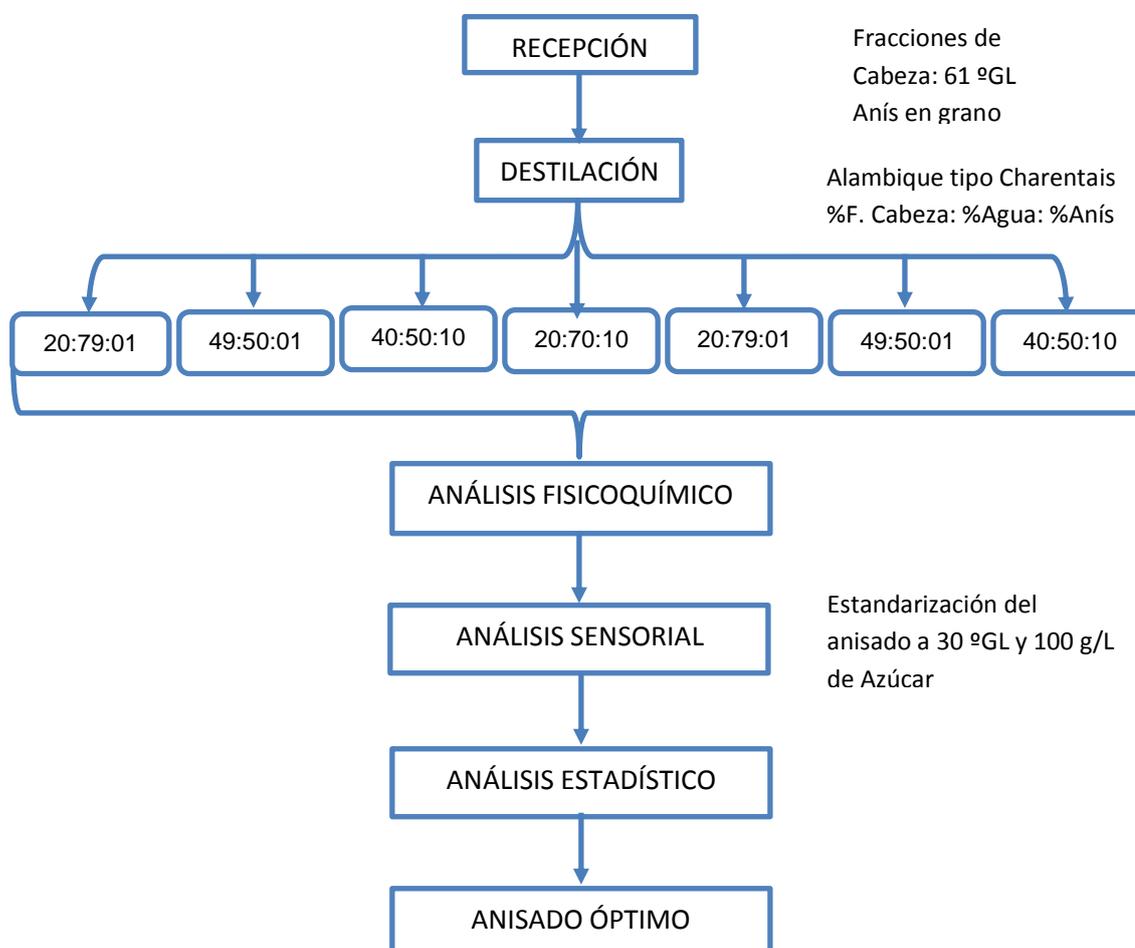


Figura 1. Diagrama de flujo para la obtención de anisado a partir de fracciones de cabeza de destilado de pisco de negra corriente.

Fuente. Elaboración propia

La descripción de la metodología seguida para la elaboración del anisado es como sigue:

- a) **Recepción de materia prima:** Fracciones de cabeza de destilación de pisco de Negra Criolla a la cual se le analizará el grado alcohólico.

- b) Destilado:** Se debe realizar una destilación directa y discontinua, proceso que se lleva a cabo empleando un alambique simple de cobre, en la cual se llenará con la porción de cabeza, agua y anís según el diseño estadístico.
- c) Análisis:** A las muestras obtenidas se les realizará los análisis fisicoquímicos (determinación del contenido de Grado alcohólico y Densidad Picnométrica) y evaluación sensorial planteada para con estos datos obtenidos proceder al análisis estadístico final.

1.8.2. Población y muestra

La muestra de estudio se obtuvo de la Bodega "Don Miguel" del distrito de Pocollay de la Provincia de Tacna, la cual consta de 20 litros de cabeza de destilación de pisco de Negra Criolla a la vendimia 2015 a esta materia prima se le realizó un análisis fisicoquímico, donde se determinó los °GL mediante un alcoholímetro.

1.8.3. Técnicas e instrumentos para recolección de datos

1.8.3.1. Análisis Fisicoquímicos

- a) Determinación del contenido de alcohol etílico:** Mediante medición directa con alcoholímetro.

1.8.3.2. Análisis sensorial

Se realizó un análisis sensorial mediante un panel de catadores entrenados y conformados por personas muy bien informadas acerca del modo operativo de análisis y productores de piscos con una ficha de cata de preferencia con escala estructurada (ver Anexo 1) de 1 a 9 puntos.

Evaluando:

- Vista
- Olfato
- Gusto
- Armonía

1.8.4. Análisis de datos

Para el procesamiento de los datos recopilados se utilizó el programa Statgraphics.

1.8.5. Selección de pruebas estadísticas

Para la cantidad de variables independientes elegidas se utilizó el diseño experimental, de vértices extremos el cual estudiará el efecto de tres componentes en 7 corridas. El diseño se ejecutara en un solo bloque. El orden de los experimentos será completamente aleatorizado. En el tabla 2 se muestra la distribución de las correspondientes mezclas del diseño experimental elegido.

Tabla 2. *Delineamiento experimental.*

MEZCLA	FRACCIONES DE CABEZA (Litros)	AGUA (Litros)	ANÍS (Kilos)
1	1,00	3,95	0,05
2	2,45	2,50	0,05
3	2,00	2,50	0,50
4	1,00	3,50	0,50
5	1,00	3,95	0,05
6	2,45	2,50	0,05
7	2,00	2,50	0,50

Fuente: Elaboración propia.

Con los datos de los 07 tratamientos para las variables respuestas se desarrolló para cada variable respuesta, modelos matemáticos de primer orden conteniendo los términos lineales, cuadráticos y de interacción; y para determinar sus coeficientes, se empleó la metodología de superficie de respuesta.

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_1^2 + \beta_3 x_2 + \beta_4 x_2^2 + \beta_5 x_1 x_2$$

Dónde:

X₁ = Grado alcohólico

X₂ = Tiempo de reposo

β₀, β₁, β₂...= Coeficientes del modelo de regresión

El modelo para ser considerado predictivo en la región analizada debe presentar regresión significativa ($P < 0,05$), falta de ajuste no significativo en el mismo nivel de significancia y alto valor R (más próximo de 1).

Para la optimización de la elaboración del destilado se empleará el método de la función deseada que consiste en estandarizar cada respuesta en una función Fd cuyo valor varía de 0 (fuera del rango deseado) a 1 (en el rango deseado)

CAPITULO II

MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes del Problema

Hatta (2004) estudió la influencia de la fermentación con orujos en los componentes volátiles del pisco de uva Italia (*Vitis vinífera L. var. Italia*), determinando la evolución de los componentes volátiles del pisco durante la destilación, para lo cual elaboraron un pisco con Uva Italia, de acuerdo al método tradicional, separando el destilado en 17 fracciones (Fn) con volúmenes de: F1 y F2: 50 ml, F3 a F13: 200 ml y F14 a F17: 100 ml y en cada fracción cuantificaron los compuestos mayoritarios volátiles considerados en la NTP 211.001. Para la determinación de los compuestos mayoritarios volátiles utilizaron el método cromatográfico, de acuerdo a la NTP 211.035. Como resultado se obtuvo que en conjunto las dos fracciones de cabeza presentaron 64.2 °GL y expresado en ml/100 mL aa, 156.53 de ésteres (formiato de etilo 0.50, acetato de etilo y acetato de isoamilo 12.09), 24.61 de acetaldehído, 722.99 de alcoholes superiores (91.27 de isobutanol, 551.45 de isoteramilico, 1.28 de butanol y 79.00 de propanol, no registrándose isopropanol), 46.77 de metanol, 1.58 de ácido acético, no registrándose furfural en esta fracción.

Garrido, Linares y Cárdenas (2008) realizaron un estudio de la composición de las fracciones de destilado en un proceso de obtención de pisco, con el objetivo de conocer la composición de estas fracciones y la evolución de la composición de las fracciones a lo largo del proceso de destilación, para lo cual destilaron mostos de uva Torontel y Quebranta, tomando muestras cada 5 minutos en un total de 18 muestras por variedad de uva. El análisis lo realizaron por el método de cromatografía de gases siguiendo la Norma Técnica Peruana para el análisis de pisco. El resultado obtenido mostró en mg/100 mL, para el mosto de Quebranta, que los componentes descendían del inicio al final de la destilación en ésteres de 97.17 a 1.39, acetaldehído de 6.55 a 2.06, alcoholes superiores de 442.21 a

24.53 y metanol de 11.94 a 8.69. Del mismo modo para el mosto de Torontel, en ésteres de 135.27 a 1.72, acetaldehído de 4.44 a 2.70, alcoholes superiores de 205.79 a 7.77 y metanol de 12.21 a 5.43.

Rota y Faria (2009), evaluaron el efecto del proceso de bidestilación en la calidad sensorial de la Cachaza, realizando las destilaciones sucesivas de caldos fermentados de caña, en alambiques de cobre y acero inoxidable, para luego realizar test de aceptación a 57 jurados consumidores del producto, a los que se les presentó cuatro muestras de cachaza mono y bidestiladas en alambiques de cobre y acero inoxidable, evaluándolas en relación a atributos como el aroma, sabor impresión global y sabor residual, usando una escala hedónica estructurada de 1 al 9 puntos. Los resultados fueron sometidos a análisis estadístico y mostraron que el proceso de bidestilación en alambique de cobre da como resultado mejores efectos positivos en la aceptación en relación al sabor, impresión global, aroma alcohólico, sabor de alcohol y sabor residual, que las muestras de una sola destilación y en alambique de acero inoxidable.

Williams y Strauss (1976), desarrollaron un procedimiento para eliminar el acetaldehído de las fracciones de cabeza de destilación de vino de uva, que implicó el burbujeo con gas inerte y reflujo desde concentraciones de acetaldehído de 15 - 10 ppm, hasta alcanzar una concentración menor a 1 ppm de acetaldehído, así mismo en la evaluación sensorial con una escala de 1 a 10, de menor a mayor calificación, se obtuvo un valor de 1.9 para las fracciones de cabeza sin tratar y valores entre 5.1 a 8.3, para las fracciones de cabeza tratadas, así mismo para el aguardiente comercial se obtuvo un valor de 8.5, por lo que se concluye que es posible obtener aguardientes de calidad similar a los aguardientes comerciales de alta calidad. Así mismo la recuperación de alcohol en este proceso es mayor que la obtenida por una destilación fraccionada de las fracciones de cabeza.

Karapanagioti y Bekatorou (2014), estudiaron las características de la dilución del anisado Ouzo con agua destilada, correlacionado con la conductividad de la dilución. Las bebidas auténticas demostraron una baja

conductividad, lo que sugiere el uso de agua tratada, mientras que las bebidas de fraude se mezclaron con agua potable. Se encontraron los siguientes valores de conductividad (5.5 a 203 $\mu\text{S}/\text{cm}$), pH (6.5 a 9.2), etanol (38.4 a 41.2 % v/v), metanol (72 a 126 g/hL), acetaldehído (21.4 a 46.8 g/hL), propanol-1 (0.00 a 7.60 g/hL), alcohol isobutílico (0.00 a 8.00 g/hL) y alcohol amílico (0.00 a 36.8 g/hL).

Damberg, Kambouris, Francis y Gishen (2002), estudiaron un método de análisis rápido del metanol en la destilación de derivados de la uva, por cromatografía de gases (GC) y espectroscopia de infrarrojo cercano (NIRS). Se analizaron 94 muestras de fracciones de cabeza de columna de destilación de la cosecha 1999, obteniendo valores promedios de 95,57 % de alcohol total y valores de metanol entre 4.06 y 188.8 g/L. La mejor exactitud de los modelos de predicción, medida por el error estándar de valores de predicción, era 0,06 g / L de metanol.

2.2. Bases Teóricas

2.2.1. Destilación

2.2.1.1. Principios Básicos

La destilación es un método de separación para mezclas multi-componentes, y genera dos o más productos con un alto grado de pureza. La mezcla llega a la torre en la corriente de alimentación y los productos se obtienen generalmente en una corriente de destilado y una corriente de fondos. La destilación depende principalmente de la distribución de las sustancias entre las fases vapor y líquida y de las diferencias de volatilidad entre los componentes de la mezcla. “La destilación es la separación física de una mezcla en dos o más fracciones que tienen puntos de ebullición diferentes” (Holanda, 1981)

Se entiende que la separación de los componentes se logra creando una nueva fase que puede o no, ser distinta de la fase de alimentación, mediante la transferencia de calor, hasta alcanzar un determinado grado de vaporización y/o condensación de la mezcla a lo largo de la columna.

Entre las fases presentes en el sistema existe un contacto que permite la transferencia de masa entre ellas. Aunque ambas tengan los mismos componentes, existe un gradiente de composiciones que provoca dicha transferencia. El equilibrio entre fases existe debido a que mientras el líquido se encuentra en su temperatura de burbuja, el vapor está en su temperatura de rocío. Así, la masa se transfiere por el vapor que se evapora del líquido y el líquido que se condensa del vapor. (Olguín Fonseca, 2012)

El contacto entre fases se puede lograr de diferentes formas, una de ellas es empleando módulos localizados dentro de una columna o cubierta en forma de cilindro. Los más comunes utilizan platos o capuchones distribuidos a lo largo de la columna, o empaque colocado dentro de la misma. Para este último, existen dos formas de colocación dentro de la torre, al azar o en un arreglo ordenado. Lo que se busca es maximizar la transferencia de masa entre las fases, y la elección depende de las propiedades físicas y químicas de las sustancias, la transferencia de calor y la velocidad de intercambio de masa. (Chen, 1991)

Teniendo las condiciones de temperatura (T) y presión (P) a las que se da el cambio de fase de líquido a vapor y viceversa, se puede establecer el Equilibrio Líquido Vapor (ELV) de una mezcla multi-componente. Del mismo modo en que una sustancia pura empieza a evaporarse cuando alcanza su temperatura de ebullición, una mezcla multi-componente comienza el cambio de fase, al momento en que el sistema alcanza la temperatura de ebullición de la sustancia más volátil. Aunque dadas las interacciones moleculares que se presentan entre las sustancias de la mezcla, no todas las partículas del componente volátil se evaporan en su punto de ebullición, sino que resisten en la fase líquida incluso cuando ya se han alcanzado temperaturas muy elevadas. Así mismo, una sustancia que es menos volátil, se evapora junto con los componentes más ligeros en función de la estructura del sistema. (Olguín Fonseca, 2012)

2.2.1.2. Descripción del proceso

Las fracciones de cabeza de la destilación del pisco de uva Negra Criolla, son usadas en la maceración del anís, por un periodo de 24 horas, lo que permite la extracción de los aromas principales al líquido, el mismo que se llevará a destilación en un alambique tipo charentais, permitiendo la separación de las fracciones no deseadas, ubicadas en los primeros minutos de la destilación y conservando las fracciones de cuerpo, para la obtención de anisado.

En la figura 2. Se observa la evolución del grado alcohólico durante la destilación de los vinos base elaborados CO y SO.

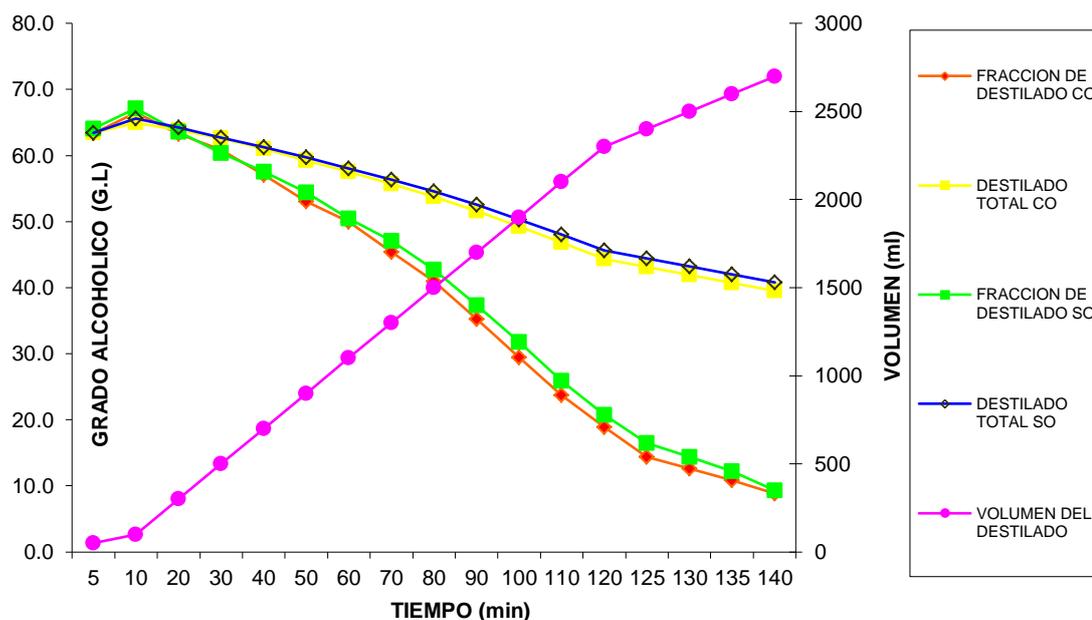


Figura 2. Evolución del grado alcohólico durante la destilación de los vinos base elaborados CO y SO.

Fuente: (Hatta, 2004)

Así mismo se tiene en la figura 2. La evolución de los componentes volátiles del pisco durante la destilación. En todo proceso fermentativo se presenta este fenómeno.

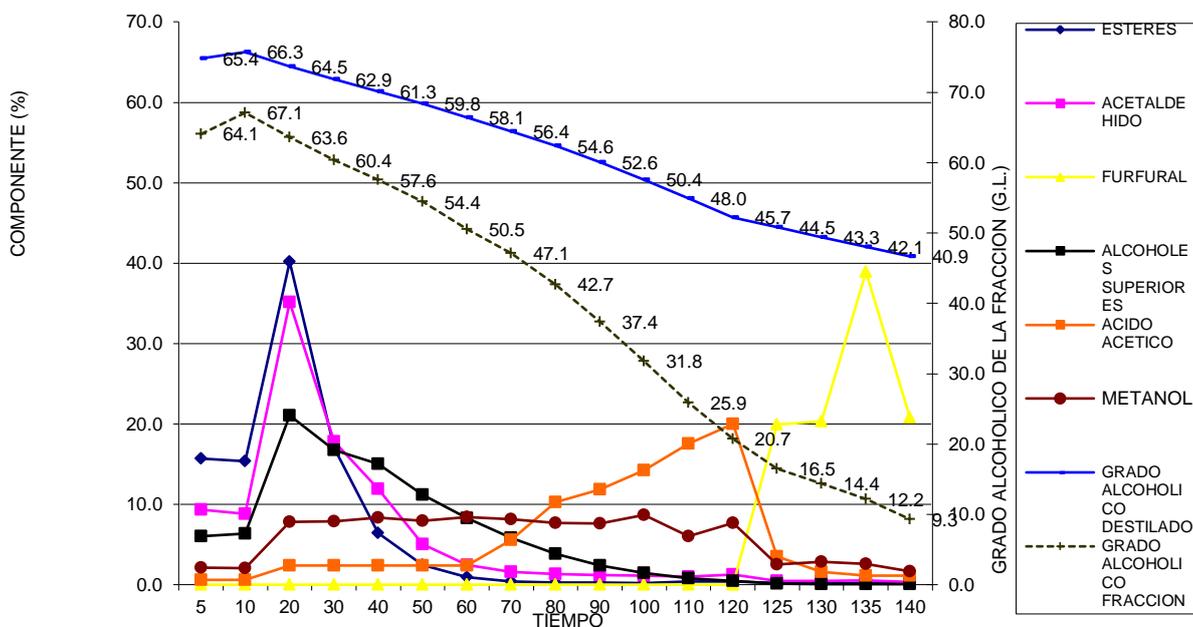


Figura 3. Evolución de los componentes volátiles del pisco durante la destilación.

Fuente: (Hatta, 2004)

2.2.1.3. Ventajas de la destilación

La destilación tiene ventajas y desventajas comparada contra otros procesos de separación. Analizando la absorción o la desorción, se puede ver que para obtener los productos deseados, es necesaria la adición de una nueva sustancia al sistema, la cual forma una mezcla que posteriormente debe ser separada a menos que esta nueva solución sea útil directamente. En el caso de la destilación esto no sucede porque no se añade ninguna sustancia adicional al sistema original.

La facilidad de poder hacer una separación directa de una mezcla mediante la destilación, y obtener los productos en una forma altamente pura, sin incluir otros procesos más complejos, hacen de la destilación el más importante de los procesos de transferencia de masa, (Olguín Fonseca, 2012).

2.2.1.4. Las fracciones de Cabeza

Durante la fabricación de aguardientes por destilación se generan impurezas de bajo punto de ebullición, esta primera fracción de destilación conocido como fracción de cabeza, presenta generalmente un volumen de 5 a 15% del producto principal, dependiendo de las condiciones de tipo y de destilación fijadas. Los mayores componentes indeseables de las fracciones de cabeza son el acetaldehído, acetato de etilo y 1,1-dietoxietano. También, si el SO₂ se utiliza en la preparación del licor fermentado, se concentrarán en las fracciones de cabeza junto con su producto de adición con el acetaldehído, cc-hidroxietano y ácido sulfónico. Debido a que las fracciones de cabeza contienen al menos 80% de etanol, diferentes procedimientos de recuperación han sido planteados. La técnica más simplemente usada es la re-destilación de fracciones de cabeza acumuladas a través de una columna de rectificación eficiente. Este proceso generalmente da un aguardiente de mala calidad y una nueva cabeza fracción que es finalmente destruida. Recientemente se ha mostrado que el aguardiente de la re-destilación de fracciones de cabeza contiene una alta proporción de acetales. Tal espíritu puede influir de forma impredecible el carácter de los vinos fortificados con ella (Williams, 1976).

Las fracciones de cabeza normalmente se separan en mayor o menor proporción según la calidad del orujo inicial. Un componente siempre presente en las fracciones de cabeza son los aldehídos y cetonas, los cuales van a definir enormemente la tipicidad y van a ser responsables en gran medida de las características aromáticas de este tipo de destilados. Entre ellos destacan los alifáticos, que se forman por oxidación de los alcoholes durante la fermentación y envejecimiento de los orujos. (López V., 2011).

De forma general, el redestilar un aguardiente, es una alternativa recomendable a utilizar cuando la separación de la fracción de cabeza no ha sido correcta en una primera destilación. Esta segunda destilación afecta principalmente a los compuestos mayoritarios, siendo el BM el

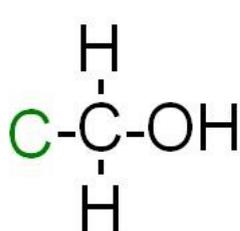
sistema que mejor separa, debido a sus 5 platos de rectificación. En definitiva, el uso de la temperatura del deflemador inferior a 50°C se consigue destilados, con menor contenido en compuestos típicos de fracción de cabeza y menor contenido en metanol. (López V., 2011)

2.2.1.5. Componentes del destilado vínico

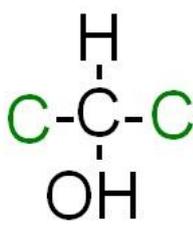
- **Alcoholes:** Los alcoholes son compuestos que contienen un grupo oxhidrilo, -OH, unido a un átomo de carbono alifático. Cuando el grupo oxhidrilo se encuentra *directamente* unido a un anillo aromático, presenta propiedades que difieren notablemente de las de un alcohol común. Los alcoholes se clasifican como *primarios*, *secundarios* o *terciarios* según que el grupo oxhidrilo se encuentre unido a un carbono primario, secundario o terciario. (Rakoff, 1992)

Esta clasificación resulta útil, ya que estas diferentes clases de alcoholes presentan diferencias en la velocidad de muchas reacciones y algunas veces dan diferentes reacciones en las mismas condiciones. (Rakoff, 1992)

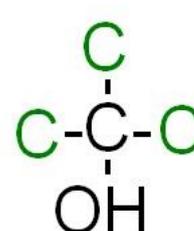
Clasificaciones de los alcoholes



Alcohol Primario



Alcohol Secundario



Alcohol Terceria

- **Alcohol etílico:** El etanol o alcohol etílico es, después del agua, el constituyente cuantitativamente más importante del vino. La riqueza del vino se expresa mediante la graduación alcohólica que representa el porcentaje, en volumen, de alcohol en el vino; teniendo en cuenta la densidad del etanol igual a 0.79. (Ribéreau-Gayon 2002)

El etanol del vino proviene esencialmente de la fermentación alcohólica del azúcar del mosto. Sin embargo las células de la baya son capaces de formar una pequeña cantidad del mismo, sobre todo en anaerobiosis (maceración carbónica). La aparición de trazas de etanol en la baya, corresponde a la presencia de una actividad alcohol deshidrogenasa, que constituye ella misma un trazador del estado de avance del fenómeno de maduración. (Ribéreau-Gayon P. -G.-M.-D., 2002)

Sabiendo que se necesita 16 a 18 g*L⁻¹ de azúcar, según el tipo de vinificación y el rendimiento fermentativo de las levaduras para producir durante la fermentación alcohólica 1% vol., de etanol, los mostos deben contener 180, 226 y 288 g*L⁻¹ de azúcar para obtener, sobre la base de rendimiento fermentativo menor, vinos de 10, 12,6 y 16% vol., de etanol. Este último valor es considerado como el límite máximo de resistencia de la levadura al etanol, aunque por lo menos en el laboratorio se conozcan cepas capaces de alcanzar 18% vol. (Ribéreau-Gayon P. -G.-M.-D., 2002)

En el alcohol etílico de fermentación, existen moléculas en las cuales ciertos átomos de hidrógeno, sobre los carbonos 1 y 2, son reemplazados por deuterio, isótopo del hidrógeno; esas moléculas se encuentran en una proporción muy pequeña, pero esa proporción es causa del origen del azúcar fermentada (uva, remolacha, caña de azúcar). Esa característica permitió la puesta a punto de un método de control del enriquecimiento de los mostos (chaptalización) y la detección de los fraudes correspondientes; y es reconocida por la Oficina internacional de la viña y el vino. (Ribéreau-Gayon P. -G.-M.-D., 2002)

Por su afinidad y su solubilidad en el agua, por formación de uniones hidrógeno, el etanol es un deshidratante poderoso. Esta propiedad es aprovechada para la floculación de coloides hidrófilos, proteínas y polisacáridos. El etanol posee igualmente un poder disolvente utilizado para disolver los compuestos fenólicos del orujo durante la vinificación; esa misma propiedad interviene en la solubilización de ciertas moléculas odorantes y participa ciertamente en la expresión global del aroma del vino. (Ribéreau-Gayon P. -G.-M.-D., 2002)

- Ácidos:** Son sintetizados por las levaduras. Los más importantes son los saturados, los C2-C12, incluyendo el 2-metil-propanoico (isobutírico) y el 3-metil-butanoico (isovalérico o isovaleriánico). Entre ellos destaca el acético, por ser el más importante (80% del total de los ácidos volátiles. Los ácidos: acético, propanoico, isobutírico, butanoico e isovaleriánico, son compuestos normalmente presentes en los orujos en cantidades superiores a los ácidos de C6-C12, destacando sensorialmente de forma negativa. Así el ácido acético destaca por su carácter de "picante, punzante o picado", mientras que el butanoico recuerda la mantequilla rancia o el queso estropeado. La presencia en concentraciones elevadas de ácidos volátiles indica una mala calidad de la materia prima a destilar y una fuerte alteración de origen bacteriano. Los ácidos grasos de 6 a 12 carbonos tienen olores menos potentes y son precursores de los ésteres etílicos que se forman durante el envejecimiento (López V., 2011).

En la figura 7, se representa la curva de evolución del ácido acético durante la destilación.

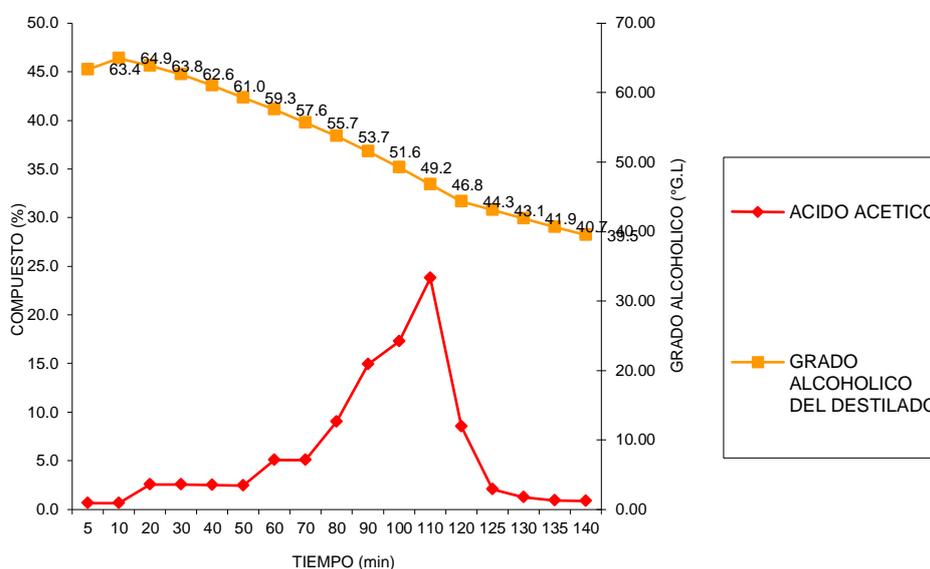


Figura 4.- Evolución del ácido acético durante la destilación.

Fuente: (Hatta, 2004)

- **Compuestos varietales:** Múltiples estudios de perfiles aromáticos de diferentes variedades de uva y algunos de vino de variedades blancas, ponen de manifiesto que los compuestos que podemos agrupar como varietales, y por tanto que dependan de la variedad de uva y de su grado de maduración son: los monoterpenos, C13-norisoterpenoides, sesquiterpenos, diterpenos y benzenoides. De todos estos, los más estudiados por su contribución organoléptica son los terpenos, C13-norisoprenoides y benzenoides. Todos ellos se encuentran mayoritariamente en la piel de la uva, y muchos de ellos pasan al destilado (López V., 2011).

2.2.2. Anís

Pimpinella anisum L., popularmente conocido como anís, anís verde o matalahúva, es una hierba aromática de la familia *Apiaceae* originaria del Asia sudoccidental y la cuenca mediterránea oriental. Sus semillas se utilizan como condimento y en la elaboración de licores. Como planta medicinal, se usa como antipirético, antiparasítico, antifúngico y para trastornos digestivos, en forma de polvo, infusión, tintura y jarabes. Extractos metanólicos y acuosos mostraron actividad potente frente a bacterias patogénicas y se sugiere considerar su uso como una alternativa para sustituir antibióticos, especialmente en la alimentación animal (Pino, 2012).

Los aceites esenciales, obtenidos a partir de plantas aromáticas y medicinales, se utilizan ampliamente como alimentos, medicamentos, agentes conservantes, entre otras aplicaciones. Estos productos se destacan por su rápido desarrollo y múltiples posibilidades de aplicación en la agricultura. En correspondencia la agroindustria asociada a la producción de estas sustancias naturales posee un desarrollo importante; la industria de aromas y fragancias ha mostrado crecimientos anuales del 10% a nivel mundial y se considera puede activar el desarrollo rural (Pino, 2012).

El aceite esencial de anís (*Pimpinella anisum L*) tiene antiséptico, antiespasmódico, carminativo, digestivo y efecto fungicida. También es utilizado en perfumes, pasta de dientes y la industria del licor. *Pimpinella*

anisum es conocido por contener una cantidad significativa de anetol. El contenido de aceite de las frutas en la etapa cerosa es más alto que la etapa de maduración. (Omidbaigi, 2003)

El aceite esencial de anís se caracteriza por estar compuesto fundamentalmente por metil chavicol (97,76%). El resto de los componentes identificados fueron monoterpenos y sesquiterpenos. La mayor parte de los trabajos relacionados con la composición del aceite esencial de *P. anisum* se refieren a los aceites obtenidos de los frutos y semillas de la planta. Estos aceites están constituidos por *trans*anetol como componente mayoritario, en un porcentaje entre 80 a 95%, seguido por el éter metil chavicol (estragol), anisaldehído, *cis*-anetol, entre otros (Pino, 2012).

2.2.3. Anisados

El anís (anisado), es la bebida alcoholica obtenida por la aromatización de alcohol etílico rectificado o neutro o extraneutro con extractos naturales de anís estrellado (*Illicium verum*), de anís verde (*Pimpinella anisum*), hinojo (*foeniculum vulgare*), por uno de los procedimientos siguientes o una combinación de ellos:

- Maceración y/o destilación.
- Redestilación del alcohol con presencia de las semillas u otras partes de las plantas mencionadas anteriormente.
- Adición de extractos destilados naturales de plantas anisadas.
- Empleo combinado de los tres métodos precedentes. Estas bebidas podrán ser adicionadas de azúcares, así como de otros aditivos permitidos por el correspondiente organismo de control.
- Podrá utilizarse como complemento otros extractos vegetales naturales o semillas aromáticas, pero el sabor del anís deberá seguir siendo predominante. (INDECOPI, 2014) (Albert, 1999)

En la tabla 2, se tiene las características de los distintos tipos de anisados.

Tabla 3. Características de los distintos tipos de anisados.

Características	Extraseco	Seco	Semidulce	Dulce	Escarchado*
Grado alcohólico	55°-55°	35°-50°	35-45°	35°-45°	35°-45°
Contenido en azúcares totales (g/l de sacarosa)	<50	<50	50-260	>260	Sobresaturación
Aceites esenciales	1.75-3.75	1.0-3.0	0.75-1.5	0.75	

* Deberá presentar el azúcar cristalizado en las ramas vegetales que sirven de soporte a tal fin.

Fuente: (Jurado, 2004)

Así mismo en la tabla 3, se tiene datos de las cantidades toleradas de los distintos parámetros de calidad en bebidas anisadas.

El Ouzo es una bebida alcohólica tradicional producida en Grecia. De acuerdo con la Federación Griega de Productores de Aguardientes, son más de 300 etiquetas de Ouzo, en más de 190 productores. El Ouzo contiene alcohol destilado en presencia de anís y/o del anís estrellado y/o hinojo que constituye al menos el 20% del grado alcohólico del producto final. La destilación se lleva a cabo en cobre o bronce. Entonces, hay dos caminos a seguir:

- (a) Sólo al uso del producto de la destilación.
- (b) Producto de destilación con alcohol comercial destilada.

En ambos casos, la mezcla de alcohol se realiza con agua de dilución para alcanzar el grado alcohólico deseado. Las mezclas se homogeneizan y se deja en los tanques de almacenamiento adecuados por un cierto período de tiempo (Karapanagioti, 2014).

El Tsipouro se produce por destilación del orujo de uva después de fermentación. El orujo de uva se diluye primero con agua y luego se lo somete a fermentación alcohólica. El producto de la fermentación se destila dos veces, con hierbas y semillas, incluso en algunos casos anís. Los análisis químicos de bebidas alcohólicas anisadas, nos muestran productos, como el

trans-anetol, alcohol isoamílico, limoneno, linalool, etc. El trans-Anetol es el ingrediente principal en la mayoría de las bebidas espirituosas con sabor a anís y es el compuesto que determina principalmente el carácter del aroma de bebidas alcohólicas que contienen anís. (Tsachaki, 2010)

El Raki turco es una bebida espirituosa con sabor a anís. Es bastante popular en Turquía con una producción anual hoy en día de alrededor de 45 millones de litros. Se produce por una segunda destilación de alcohol vínico o mezcla de este y alcohol etílico de melaza, en presencia de anís (*Pimpinella anisum*). (Yilmaztekin, 2011)

2.2.4. Análisis sensorial.

El análisis sensorial es en sí mismo el conjunto de técnicas y métodos que permiten medir a través de los órganos de los sentidos todo lo que se percibe. El aroma de los aguardientes de orujo se describe como la interacción del sabor y del olor que imparten a cada individuo una experiencia sensorial agradable o no. Las sustancias agradables que se perciben a través de los receptores del olor del órgano olfativo. El aroma tiene una base físico-química, pero lo que realmente cuenta a la hora de consumir un producto es el efecto que produce en el consumidor. El conjunto de los tres tipos de aromas junto con las características gustativas constituyen el bouquet (López V., 2011).

El análisis sensorial de estos destilados resulta a veces difícil de precisar ya que la influencia de algunos defectos, principalmente relacionados con problemas fermentativos, como concentraciones altas de acetato de etilo, acetaldehído y otros aldehídos minoritarios. Esto hace que determinados compuestos aromáticos positivos a la calidad no puedan llegar a ser percibidos con nitidez. Un mismo compuesto en la misma concentración puede no ser reconocido en dos destilados de distintas características, o bien puede generar distintos aromas como consecuencia de las interacciones que puedan establecerse con otros compuestos presentes, de ahí la dificultad que existe a la hora de comprender totalmente el aroma de un aguardiente desde

el punto de vista analítico si no se complementa con un correcto examen organoléptico. Puede tener una base bastante sólida para percibir la calidad organoléptica de un destilado la realización de una cata de los diferentes grupos de aromas presentes, como son florales, afrutados, especiados, químicos y picantes (defectos) (López V., 2011).

Sin embargo, dichos términos corresponden a percepciones integradas por nuestro cerebro, no teniendo por qué coincidir el olor con un compuesto determinado. Las sustancias aromáticas son compuestos volátiles que se detectan con los receptores olfatorios y se encuentran en los alimentos en distintas cantidades. Los compuestos volátiles conocidos se ordenan por alimentos y tipos de compuestos en tablas que se actualizan y publican periódicamente. De los compuestos volátiles solo una pequeña proporción tiene importancia desde el punto de vista del aroma. Únicamente se consideran sustancias aromáticas aquellas cuya concentración en el alimento es superior a su umbral olfativo o gustativo. Se denomina “umbral olfatorio” o umbral de reconocimiento a aquella concentración de un compuesto que resulta suficiente para reconocerlo por su olor. Se mide como valor de la actividad aromática ó unidad del aroma (OAV) de un compuesto “x” y se calcula dividiendo la concentración de analito entre el umbral de olfacción en la propia matriz. Este parámetro mide la potencia de un odorante (López V., 2011).

Actualmente, esta teoría presenta controversia. En la evaluación sensorial disponemos de dos aparatos químico-receptores, que son el gusto y el olfato, siendo el olfato mucho más importante a la hora de determinar las características de un alimento, ya que su intervención es más directa, al percibir los vapores que se encuentran sobre el alimento, y porque en la deglución vuelve a intervenir mediante la vía retronasal. Por ello, se utiliza el término anglosajón “flavour, que tiene una percepción global y abarca términos castellanos que se quedan cortos como olor o sabor (López V., 2011).

Para la realización del análisis sensorial ya existen entre otras normas oficiales, la relativa a la disposición de la sala de cata (ISO 8589:2007)⁷⁴, la de determinación de descriptores organolépticos (ISO 11035:1994)⁷⁵, y la que trata sobre la organización del laboratorio de análisis sensorial y caracterización de los catadores (ISO13300:2006)⁷⁶. Ésta consta de dos partes, en la primera parte, proporciona orientación sobre las funciones y responsabilidades del personal, mientras en la segunda parte, se dan directrices para la selección y capacitación ó entrenamiento de líderes del panel (Panel Leader). Por último, la norma ISO 5492:2008⁷⁷, proporciona el vocabulario y términos utilizados normalmente en análisis sensorial (López V., 2011).

El principal componente aromático que vincula el Ouzo y tsipouro es el trans-anetol, que se puede obtener por destilación de diferentes plantas, como *Pimpinella anisum* L., *Illicium verum* Hook f. y *Foeniculum vulgare* Miller. Sin embargo, en el aceite esencial varía, proporcionando diferentes propiedades sensoriales. Sin embargo, es importante asegurarse de que el predominio del aroma de trans-anetol sobre el aroma de otros compuestos no disfrace las diferencias entre este grupo de espírituosos. (Tsachaki, 2010)

El sabor de los destilados proviene de las materias primas, la fermentación, destilación y finalmente maduración. La mayoría de los volátiles son ésteres, terpenoides, alcoholes, acetales, aldehídos, fenoles, cetonas, furanos, carboxílicos ácidos y benzopyrans. La identificación de estos compuestos es importante para la determinación del sabor características de la bebida. Varios métodos han sido desarrollado y utilizado para el análisis de compuestos volátiles en bebidas destiladas, incluida la extracción líquido-líquido, extracción-destilación simultánea, extracción en fase sólida y extracción de fluido supercrítico. (Yilmaztekin, 2011)

CAPÍTULO III

MATERIALES Y MÉTODOS

3.1. Lugar de ejecución de la investigación

La presente investigación, análisis fisicoquímico y sensorial se realizó en los laboratorios de la Escuela Profesional de Ingeniería Agroindustrial de la Universidad Privada de Tacna.

3.2. Muestra de estudio

La muestra que se utilizó fue de 20 litros de cabeza de destilación de pisco de uva Negra criolla proveniente del Fundo "Don Miguel" del Distrito de Pocollay.

3.3. Diseño de la investigación

Se utilizó un diseño experimental, de Vértices Extremos el cual estudiará el efecto de tres componentes en 7 corridas. El diseño se ejecutara en un solo bloque. El orden de los experimentos será completamente aleatorizado. Esto aportará protección contra el efecto de variables ocultas.

3.4. Materiales y equipos

3.4.1. Materiales y reactivos

- Botellas de 500 ml
- Damajuanas de 4 L
- Probetas de 1L, 500 ml, 250 ml y 100 ml.
- Copas de cata de 50 ml

3.5. Equipos

- Alambique de cobre con capacidad de 5 L
- Cocinilla eléctrica
- Balanza analítica 0.001 g – 100 g. (Marca:
- pH metro

- Alcoholímetro Gay-Lussac (20°/20°C)
- Termómetro digital marca Atago (-10-210°C)

3.6. Reactivos

- Los reactivos que se emplearon en los diferentes métodos de esta investigación fueron de pureza analítica.

3.7. Metodología

El desarrollo del proceso de destilación para evaluar las proporciones de más adecuadas para el aprovechamiento de las fracciones de cabeza de destilación en la elaboración de anisado obedecerá al flujo grama representado en la figura 5.

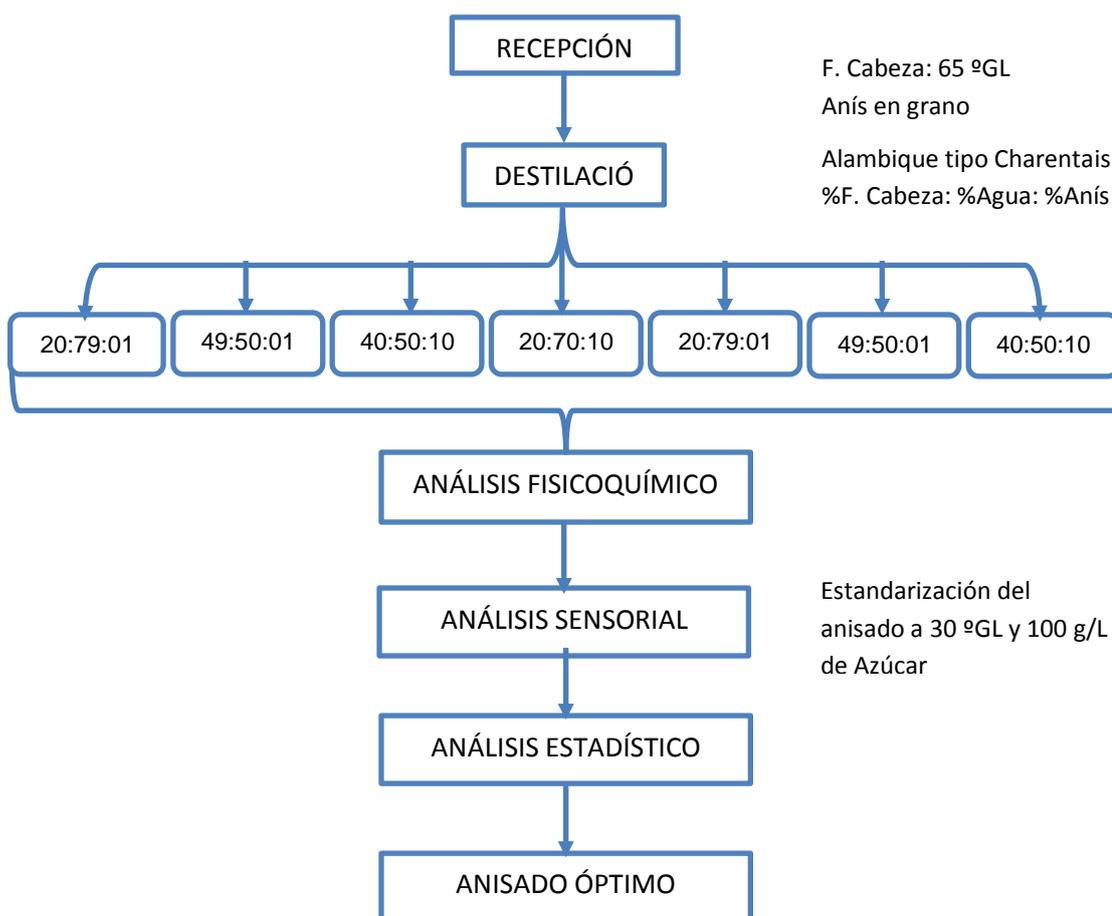


Figura 5. Etapas de la investigación.

Fuente: Elaboración propia.

3.8. Técnicas e instrumentos para la recolección de datos

Acciones y actividades:

Objetivo 1: Analizar las fracciones de cabeza de pisco de uva Negra Criolla.

- La parte experimental de la investigación en una primera etapa se analizó la muestra de cabeza de las destilaciones de pisco de uva Negra Criolla, mediante la medición del grado alcohólico por lectura directa y la determinación de su densidad por picnometría.
 - **Determinación del grado alcohólico de la cabeza de destilado.**
Fue determinada con un alcoholímetro por lectura directa.
 - **Determinación de la densidad por picnometría.**
Fue determinada con un picnómetro y balanza analítica.

Objetivo 2: Analizar fisicoquímicamente las muestras de anisado.

A las muestras obtenidas se les determino el grado alcohólico y densidad.

Objetivo3: Evaluar la aceptabilidad de las muestras de anisado elaboradas con fracciones de cabeza de destilado de pisco de uva Negra Criolla.

- **Test de aceptación – preferencia**

Este test tiene como objetivo medir actitudes subjetivas como aceptación o preferencia de las muestras de anisados entre sí, mediante una escala hedónica en jueces no entrenados, se utiliza fichas elaboradas para tal fin y las muestras estandarizadas a 30 GL y 100 g/L de Azucares totales, son presentadas simultáneamente en orden aleatorio.

3.9. Procesamiento y análisis de datos

3.9.1. Procesamiento estadístico

Se utilizó el programa statgraphics centurión, para crear un diseño de vértices extremos, determinando si existe diferencia significativa entre las variables a un 95 y 99 % de confiabilidad.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS

4.1. Análisis fisicoquímico

Se aprovechó las fracciones de cabeza del destilado de pisco de uva Negra Criolla mediante redestilación para la elaboración de anisado, analizando fisicoquímicamente las muestras de anisado, en el laboratorio y reportaron los resultados expresados en la tabla 4, que a continuación se representa. Así mismo la Humedad del anís fue determinada en 9.7713%, para el anís en grano como se muestra en las tablas del anexo 2.

Tabla 4. *Determinación de la densidad del anisado por picnometría.*

Muestra	Densidad	°GL
Cabeza	1.5228	61
Muestra 1	1.5489	50
Muestra 2	1.5354	57
Muestra 3	1.5164	64
Muestra 4	1.5336	57
Muestra 5	1.5515	48
Muestra 6	1.5374	56
Muestra 7	1.5185	65

Fuente: Elaboración propia.

Los grados alcohólicos de dos de las siete muestras, se encuentran dentro del tipo de anisados secos y extrasecos, los cinco restantes se encuentran por encima de dichas características (Jurado, 2004). Sin embargo para fines de evaluación sensorial las muestras fueron estandarizadas a 30 °GL y 100 g/L de azúcares totales, por lo que según la Norma Técnica Peruana, serían evaluados como anisados semi secos.

Se analizó las fracciones de cabeza de pisco de uva Negra Criolla, como se detalla en la tabla 5, donde se muestra la relación de la densidad de las muestras de anisado y el volumen destilado fueron sometidas a evaluación estadística, con el siguiente resultado:

Tabla 5. *Relación de la densidad de las muestras de anisado y el volumen destilado.*

ANOVA					
<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
Modelo Lineal	0.00106014	2	0.000530071	71.02	0.0008
Error total	0.000029853	4	0.000007463		
Total (corr.)	0.00108999	6	29		

Fuente: Elaboración propia.

Donde:

R-cuadrada = 97.2612 por ciento

R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 95.8917 por ciento

Error estándar del est. = 0.0027319

Error absoluto medio = 0.00166142

Estadístico Durbin-Watson = 2.49124 (P=0.7212)

Autocorrelación residual de Lag 1 = -0.353407

En la tabla 5, muestra un análisis de varianza para el modelo lineal. Dado que el valor-P para este modelo es menor que 0.05, existe una relación estadísticamente significativa entre la densidad y el volumen destilado de las muestras de anisado, con un nivel de confianza del 95.0%.

El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 97.2612% de la variabilidad en la densidad. El estadístico R-cuadrada ajustada, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 95.8917%. El error estándar del

estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 0.0027319. El error medio absoluto (MAE) de 0.00166142 es el valor promedio de los residuos. El estadístico de Durbin-Watson (DW) prueba los residuos para determinar si haya alguna correlación significativa basada en el orden en que se presentan los datos en el archivo. Puesto que el valor-P es mayor que 5.0%, no hay indicación de auto correlación serial en los residuos con un nivel de significancia del 5.0%.

La ecuación del modelo lineal ajustado es:

$$\text{Densidad} = 1.53524 \cdot \text{Cabeza} + 1.55136 \cdot \text{Agua} + 1.48332 \cdot \text{Anís}$$

En la tabla 6 se muestra la relación de la densidad de las muestras de anisado y el rendimiento del destilado fueron sometidas a evaluación estadística, con el siguiente resultado:

Tabla 6. *Relación de la densidad de las muestras de anisado y el rendimiento del destilado.*

ANOVA

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>de Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
Modelo Lineal	0.00106014	2	0.000530071	71.02	0.0008
Error total	0.0000298531	4	0.000007463		
Total (corr.)	0.00108999	6	29		

Fuente: Elaboración propia.

Donde:

R-cuadrada = 97.2612 por ciento

R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 95.8917 por ciento

Error estándar del est. = 0.0027319

Error absoluto medio = 0.00166142

Estadístico Durbin-Watson = 2.49124 (P=0.7212)

Autocorrelación residual de Lag 1 = -0.353407

Esta tabla 6, se muestra un análisis de varianza y dado a que el valor-P para este modelo es menor que 0.05, existe una relación estadísticamente significativa entre la Densidad y el Rendimiento, con un nivel de confianza del 95.0%.

El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 97.2612% de la variabilidad en Densidad. El estadístico R-cuadrada ajustada, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 95.8917%. El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 0.0027319. El error medio absoluto (MAE) de 0.00166142 es el valor promedio de los residuos.

El estadístico de Durbin-Watson (DW) prueba los residuos para determinar si haya alguna correlación significativa basada en el orden en que se presentan los datos en el archivo. Puesto que el valor-P es mayor que 5.0%, no hay indicación de autocorrelación serial en los residuos con un nivel de significancia del 5.0%.

La ecuación del modelo ajustado es:

$$\text{Densidad} = 1.53524 * \text{Cabeza} + 1.55136 * \text{Agua} + 1.48332 * \text{Anís}$$

Se evaluó la aceptabilidad de las muestras de anisado elaboradas con fracciones de cabeza de destilado de pisco de uva Negra Criolla, como se aprecia en la tabla 7, en donde se muestra la relación de la densidad de las muestras de anisado y el análisis sensorial del destilado fueron sometidas a evaluación estadística, con el siguiente resultado:

Tabla 7. *Relación de la densidad de las muestras de anisado y el análisis sensorial del destilado.*

ANOVA

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
Modelo Lineal	0.00106014	2	0.000530071	71.02	0.0008
Error total	0.0000298531	4	0.00000746329		
Total (corr.)	0.00108999	6			

Fuente: Elaboración propia.

Donde:

R-cuadrada = 97.2612 por ciento

R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 95.8917 por ciento

Error estándar del est. = 0.0027319

Error absoluto medio = 0.00166142

Estadístico Durbin-Watson = 2.49124 (P=0.7212)

Autocorrelación residual de Lag 1 = -0.353407

La tabla 7, muestra un análisis de varianza para el modelo lineal entre la densidad y el análisis sensorial. Dado que el valor-P para este modelo es menor que 0.05, existe una relación estadísticamente significativa entre la densidad y el análisis sensorial, con un nivel de confianza del 95.0%.

El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 97.2612% de la variabilidad en Densidad. El estadístico R-cuadrada ajustada, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 95.8917%. El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 0.0027319. El error medio absoluto (MAE) de 0.00166142 es el valor promedio de los residuos.

El estadístico de Durbin-Watson (DW) prueba los residuos para determinar si haya alguna correlación significativa basada en el orden en que se presentan los datos en el archivo. Puesto que el valor-P es mayor que 5.0%, no hay indicación de autocorrelación serial en los residuos con un nivel de significancia del 5.0%.

La ecuación del modelo ajustado es

$$\text{Densidad} = 1.53524 * \text{Cabeza} + 1.55136 * \text{Agua} + 1.48332 * \text{Anís}$$

4.2. Análisis de Rendimiento

En el proceso de destilación se pudo determinar el rendimiento del alcohol recuperado de la destilación de las fracciones de cabeza para su posterior producción de destilado, estos datos se tienen determinados en la tabla 8.

Tabla 8. *Determinación del rendimiento de alcohol recuperado en la destilación de las fracciones de cabeza para la producción de anisado.*

N°	Cabeza (Litros)	Alcohol (Litros)	Anisado (Litros)	Alcohol (Litros)	Rendimiento (%)
1	1.0000	0.6100	1.0000	0.50	81.9672
2	2.4500	1.4945	2.3830	0.57	90.8873
3	2.0000	1.2200	1.6000	0.64	83.9344
4	1.0000	0.6100	0.6850	0.57	64.0082
5	1.0000	0.6100	1.0000	0.48	78.6885
6	2.4500	1.4945	2.4130	0.56	90.4169
7	2.0000	1.2200	1.6000	0.65	85.2459

Fuente: Elaboración propia.

El rendimiento se vio afectado en las muestras 1, 3, 4, 5 y 7 por la presencia de destilados blanquecinos hacia el final de la destilación, proporción que no fue unida al cuerpo del destilado, reduciendo su volumen final y grado alcohólico.

En la tabla 9, se tiene las fracciones de destilado tanto en grado alcohólico como volumen de la fracción separada.

Tabla 9. *Fracciones de destilado del anisado.*

N°	Cabeza (mL)	°GL	Cuerpo (mL)	°GL	Cola (mL)	°GL
1	100	68	1000	50	400	17
2	250	79	2383	57	-	-
3	200	78	1600	64	600	12
4	100	67	685	57	830	21
5	100	65	1000	48	500	14
6	245	79	2413	56	-	-
7	200	78	1600	65	600	11

Fuente: Elaboración propia.

En la tabla 10, se tiene la relación del rendimiento de las muestras de anisado y el análisis sensorial del destilado fueron sometidas a evaluación estadística, con el siguiente resultado:

Tabla 10. *Relación del rendimiento de las muestras de anisado y el análisis sensorial del destilado para Rendimiento.*

ANOVA

Fuente	Suma de Cuadrados	de G l	Cuadrado Medio	Razón -F	Valor-P
Modelo Lineal	400.516	2	200.258	8.17	0.0387
Error total	98.0733	4	24.5183		
Total (corr.)	498.59	6			

Fuente: Elaboración propia.

Donde:

R-cuadrada = 80.3299 por ciento

R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 70.4948 por ciento

Error estándar del est. = 4.9516

Error absoluto medio = 3.28949

Estadístico Durbin-Watson = 2.69268 (P=0.7997)

Auto correlación residual de Lag 1 = -0.511613

El Stat Advisor

En la tabla 10, se muestra un análisis de varianza para el modelo lineal actualmente seleccionado. Dado que el valor-P para este modelo es

menor que 0.05, existe una relación estadísticamente significativa entre rendimiento y análisis sensorial, con un nivel de confianza del 95.0%.

El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 80.3299% de la variabilidad en Rendimiento. El estadístico R-cuadrada ajustada, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 70.4948%. El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 4.9516. El error medio absoluto (MAE) de 3.28949 es el valor promedio de los residuos. El estadístico de Durbin-Watson (DW) prueba los residuos para determinar si haya alguna correlación significativa basada en el orden en que se presentan los datos en el archivo. Puesto que el valor-P es mayor que 5.0%, no hay indicación de auto correlación serial en los residuos con un nivel de significancia del 5.0%.

La ecuación del modelo ajustado es

$$\text{Rendimiento} = 93.0017 \cdot \text{Cabeza} + 77.9782 \cdot \text{Agua} + 54.9197 \cdot \text{Anís}$$

4.3. Aceptabilidad

En la tabla 11 se tiene los resultados obtenidos del análisis de varianza para la aceptabilidad de las muestras de anisado.

Tabla 11 *Análisis de Varianza para Resultado - Suma de Cuadrados Tipo III*

ANOVA

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
EFFECTOS PRINCIPALES					
A:Jueces	33.8724	6	5.64541	3.98	0.0037
B:Muestras	42.4796	6	7.07993	5.00	0.0008
RESIDUOS	51.0204	36	1.41723		
TOTAL (CORREGIDO)	127.372	48			

Todas las razones-F se basan en el cuadrado medio del error residual

Fuente: Elaboración propia.

La tabla 11, ANOVA descompone la variabilidad de resultado en contribuciones debidas a varios factores. Puesto que se ha escogido la

suma de cuadrados Tipo III (por omisión), la contribución de cada factor se mide eliminando los efectos de los demás factores. Los valores-P prueban la significancia estadística de cada uno de los factores. Puesto que 2 valores-P son menores que 0.05, estos factores tienen un efecto estadísticamente significativo sobre Resultado con un 95.0% de nivel de confianza.

El tests de aceptación – preferencia, habría producido reacciones subjetivas en el consumidor, sirviéndoles para preferir aquellos que presentaba mejores descriptores aromáticos característicos, para (Tsachaki, 2010) estos serían: el anís, el dulce, alcohólico, herbáceo, vainilla y mentol; sabores dulces, alcohólicos, picantes, artificiales, aromáticos, mentolados o cáusticos; y retrogustos dulces, alcohólicos, artificiales, picantes y amargos. Sin embargo para la Norma Técnica Peruana, son requisitos únicamente el aspecto incoloro, cristalino y aroma a anís, libre de sabores extraños, por lo que los destilados obtenidos simplemente cumplen con tal normativa.

En la tabla 12 se presenta los resultados de la prueba de rangos para los resultados finales de las muestras.

Tabla 12. Pruebas de Múltiple Rangos para Resultado por Muestras

Método: 95.0 porcentaje LSD

<i>Muestras</i>	<i>Casos</i>	<i>Media LS</i>	<i>Sigma LS</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
4	7	4.25	0.537356	X
7	7	4.28571	0.537356	X
3	7	4.78571	0.537356	XX
6	7	4.78571	0.537356	XX
1	7	5.96429	0.537356	XX
2	7	6.5	0.537356	X
5	7	6.53571	0.537356	X

Fuente: Elaboración propia.

En la figura 6, se presenta la gráfica de cigote, donde se puede ver las de mayor puntuación y las de menor puntuación, dentro de las primeras las de mayor aceptación se encuentran las muestras 2 y 5.

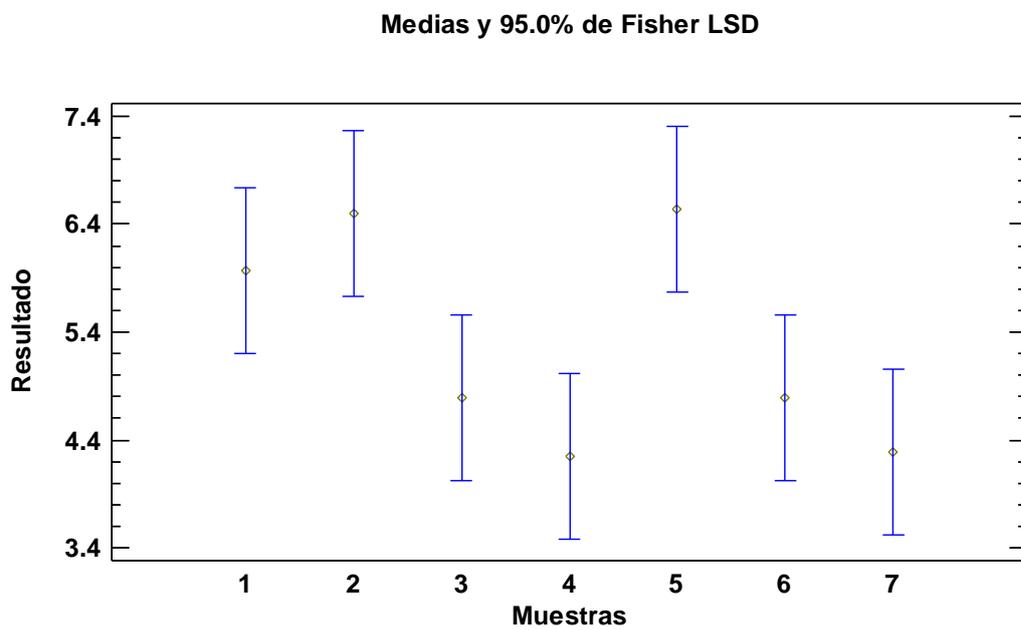


Figura 6. Representación de muestras por su aceptación.

Fuente: Elaboración propia.

CAPÍTULO V

DISCUSIÓN

La aceptabilidad de las muestras de anisado elaboradas mediante redestilación de fracciones de cabeza de destilado de pisco de uva Negra Criolla, tuvo como resultado en el mejor de los casos una aceptación de 6.54 en una escala hedónica de 1 a 9. Caso similar al obtenido por Williams y Strauss (1976) quienes, mediante un procedimiento para eliminar el acetaldehído de las fracciones de cabeza de destilación de vino de uva, que implicó el burbujeo con gas inerte y reflujo, obtuvo un valor de entre 5.1 a 8.3, para las fracciones de cabeza tratadas, concluyendo que es posible obtener aguardientes de calidad similar a los aguardientes comerciales de alta calidad. Considerando además que el proceso de redestilación practicado, también implica la separación de una nueva fracción de cabeza, que como explica Hatta (2004), en la figura 3, sobre la evolución de los componentes volátiles del pisco durante la destilación, la fracción de acetaldehídos se obtiene mayoritariamente en la primera quinta parte del proceso de destilación.

Respecto a la aceptabilidad del anisado elaborado mediante redestilación de fracciones de cabeza de destilado de pisco de uva Negra Criolla, se debe precisar el posible temor al metanol, ya que mientras que Williams (1976), indicaba que las fracciones de cabeza contienen al menos 80% de etanol, Hatta (2004), que han investigado la porción de etanol en cada fase de la destilación, muestra una distribución casi uniforme e incluso mayor durante la destilación del cuerpo, por lo que existe una contradicción entre ambos planteamientos.

CAPITULO VI

CONCLUSIONES

- GENERAL Se aprovechó las fracciones de cabeza del destilado de pisco de uva Negra Criolla mediante redestilación para la elaboración de anisado.
- PRIMERA Se analizó las fracciones de cabeza de pisco de uva Negra Criolla, presentando un grado alcohólico de 61° GL y una densidad de 1.5228.
- SEGUNDA Se logró elaborar las muestras de anisado por el método de destilación directa de las fracciones de cabeza de la destilación del pisco de uva Negra Criolla, con los granos de anís (*Pimpinella anisum*), logrando siete muestras las mismas que se lograron analizar fisicoquímicamente presentando una relación estadísticamente significativa entre la densidad y el volumen, densidad y rendimiento, así como densidad y análisis sensorial del anisado, con un nivel de confianza del 95.0%. Así mismo existe una relación estadísticamente significativa entre el rendimiento y el análisis sensorial.
- TERCERA Se evaluó la aceptabilidad de las muestras de anisado elaboradas con fracciones de cabeza de destilado de pisco de uva Negra Criolla, siendo valoradas en el programa estadístico statgraphics obteniéndose que los valores-P prueban la significancia estadística entre la aceptabilidad y las muestras con valor-P menor que 0.05, este factor tiene un efecto estadísticamente significativo sobre las muestras con un 95.0% de nivel de confianza, resultando la muestra 5 con proporción 20:79:01 (cabeza, agua y anís), con una aceptación de 6.54 en una escala hedónica de 1 a 9.

CAPITULO VII

RECOMENDACIONES

- PRIMERA Realizar un estudio comparativo de las concentraciones de anetol en anisados con otros tipos de plantas.
- SEGUNDA Optimizar las proporciones de los componentes del anisado a partir de las fracciones de cabeza de destilado de pisco.
- TERCERA Determinar los factores que provocan las alteraciones en el color de los destilados anisados.
- CUARTA Establecer un léxico para los análisis sensoriales del anisado a partir de los productos destilados.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Albert, P. C. (1999). Productos de Calidad: Los anises de Cazalla y de Rute. *Agricultura: Revista agropecuaria*, 644-646.
- Alberto Garrido S., T. L. (2008). Estudio de la composición de las fracciones de destilado en un proceso de obtención de pisco. *Revista Peruana Química e Ingeniería Química*, 19-22.
- Camacho, A. (2009). <http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero>. Recuperado el 2 de 12 de 2015, de <http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero>: http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/TecnicBasicas-Colif-tot-fecales-Ecoli-NMP_6529.pdf
- Chen, J. C. (1991). *Manual del azúcar de caña*. Mexico: Limusa.
- Damberg, R. G. (2002). Rapid analysis of methanol in grape-derived distillation products using near-infrared transmission spectroscopy. *Journal of agricultural and food chemistry*, 3079-3084.
- Diccionario de la Lengua Española. (2016). *Real Academia Española*. Recuperado el 20 de Enero de 2016, de <http://dle.rae.es/>: <http://lema.rae.es/drae/srv/search?key=rendimiento>
- Fitz, A. R. (2006). *Desarrollo de un Experimento de Destilación para Mezclas Binarias a nivel Planta Piloto*. Mexico.
- Geankoplis, C. J. (2006). *Procesos de transporte y principios de procesos de separación: incluye operaciones unitarias*. México DF: Patria.
- Gobierno Regional de Tacna. (2009). *Plan Estratégico Regional del Sector Agrario de Tacna 2008 – 2015*. Tacna: GORE-TACNA.
- Hatta, B. (2004). *Influencia de la fermentación con orujos en los componentes volátiles del pisco de uva Italia (Vitis vinifera L. var. Italia)*. Lima.
- Holanda, C. D. (1981). *Fundamentos de la destilación multicomponente*. Nueva York: McGraw-Hill.
- INDECOPI. (11 de Diciembre de 2014). Norma Técnica Peruana NTP211.015. *Bebidas Icoholicas. Anis o anisado. Requisitos*. Lima, Lima, Perú: INDECOPI.
- INDECOPI, C. d. (02 de Noviembre de 2006). NTP 211.001. *NORMA TÉCNICA PERUANA*. Lima, Lima, Perú: INDECOPI.
- Jurado J., J. M. (2004). *Caracterización analítica de aguardientes anisados*. Sevilla: Universidad de Sevilla.

- Jurado, J. M. (2006). LC determination of anethole in aniseed drinks. *Chromatographia*, 223-226.
- Karapanagioti, H. K. (2014). Alcohol and Dilution Water Characteristics in Distilled Anis (Ouzo). *Journal of agricultural and food chemistry*, 4932-4937.
- López V., C. (2011). *Estudio del comportamiento de columnas de destilación en la elaboración de aguardientes de orujo*. Santiago de Compostela: Universidad de Santiago de Compostela.
- Olguín Fonseca, F. G. (2012). *Elaboración de alcohol rectificado a partir de la melaza en la Empresa Agroindustrial Paramonga SSA periodo 2011*. Huacho: Universidad Nacional José Faustino Sanchez Carrión.
- Omidbaigi, R. H. (2003). Changes in content and chemical composition of Pimpinella anisum oil at various harvest time. . *Journal of Essential Oil Bearing Plants*, 6(1), 46-50.
- Pino, O. S. (2012). Composición química y actividad antibacteriana del aceite esencial de Pimpinella anisum L. *Revista de Protección Vegetal*, 181-187.
- Rakoff, H. &. (1992). *Química Orgánica Fundamental*. Mexico D. F., Mexico, Mexico: LIMUSA, S. A.
- Ribéreau-Gayon, P. -D.-D.-L. (2003). *Tratado de Enología - Microbiología del vino - Vinificaciones* (Vol. I Volumen). (A. Dayan, Trad.) Dunod, París, Francia: Mundi-Prensa Libros S. A. .
- Ribéreau-Gayon, P. -G.-M.-D. (2002). *Tratado de Enología - Química del vino - Estabilización y tratamientos* (Vol. II). (M. T. Miccio, Trad.) París, Dunod, Francia: Ediciones Mundi-Prensa.
- Rota, M. B. (2009). *Efeito do processo de bidestilacao na qualidade sensorial da cachaca*. Araraquara - Brasil: UNESP - Facultad de Ciencias Farmaceuticas.
- Tsachaki, M. A. (2010). Development of a suitable lexicon for sensory studies of the anise-flavoured spirits ouzo and tsipouro. *Flavour and fragrance journal*, 25(6), 468-474.
- Williams, P. J. (1976). A treatment of grape wine distillation heads. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 487-498.
- Yilmaztekin, M. C. (2011). Differentiation of Turkish Rakies through Headspace Solid-Phase Microextraction and Gas Chromatography-Mass Spectrometry Analysis. . *Journal of the Institute of Brewing*, 117(4), 622-626.

ANEXOS

Anexo 1

Fotografías del trabajo de investigación



Foto 1. Anís proveniente del mercado central.



Foto 2. Bodega de vinos y piscos "Don Miguel".



Foto 3. Alambique de la Bodega “Don Miguel”.



Foto 4. Determinación de la humedad del anís



Foto 5. Placa Petri del anís desecado.



Foto 6. Alambique experimental de 5 Lt., de capacidad.



Foto 7. Adición de fracciones de cabeza a destilar.



Foto 8. Adición de anís a destilar.



Foto 9. Inicio de la destilación del anisado.



Foto 10. Medición del grado alcohólico del cuerpo del anisado.



Foto 11. Cola de destilación del anisado.



Foto 12. Análisis de densidad picnométrica.



Foto 13. Evaluación sensorial del anisado.



Foto 14. Evaluación sensorial del anisado.

Anexo 2

Resultados de la determinación del porcentaje de humedad del anís.

Tabla 13. *Determinación de la masa del anís desecado en estufa eléctrica.*

	Masa de placa petri (g)	Masa de anís (g)	Masa de placa con anís desecado (g)	Masa del anís desecado (g)
1	47,3962	5,0038	51,9112	4,5150
2	39,7489	5,0065	44,2602	4,5113
3	35,8611	5,0040	40,3820	4,5209

Tabla 14. *Determinación del porcentaje de humedad del anís.*

	Masa de anís (g)	Masa del anís desecado (g)	Humedad perdida (g)	Porcentaje de Humedad en el Anís (%)
1	5,0038	4,5150	0,4888	9,7686
2	5,0065	4,5113	0,4952	9,8911
3	5,0040	4,5209	0,4831	9,6543
Promedio	-	-	-	9,7713

Anexo 3

Resultados del análisis sensorial

Tabla 15. Resultado de test de aceptación – preferencia de muestras de anisado.

Jueces	Tratamientos						
	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7
J1	7.25	7.25	5.25	4.00	5.50	6.00	6.25
J2	7.50	7.00	6.25	4.50	7.00	5.50	6.50
J3	4.50	5.00	5.00	4.00	5.75	4.25	5.25
J4	7.25	3.00	3.00	2.00	7.25	6.50	2.00
J5	6.00	7.00	6.75	6.00	6.50	6.25	7.25
J6	6.75	3.75	4.75	4.00	6.50	4.00	4.25
J7	6.25	4.50	3.00	2.25	5.25	5.75	3.25
J8	6.50	5.25	5.00	4.00	6.25	5.50	5.00
J9	7.00	7.25	5.25	4.25	5.50	6.00	6.25
J10	7.25	7.50	7.00	4.50	7.00	5.50	6.50
J11	4.25	5.00	5.00	4.00	5.75	4.25	5.25
J12	7.25	3.25	4.00	2.00	7.25	6.00	2.00
J13	6.00	6.25	6.75	5.00	6.50	6.25	7.25
J14	7.00	4.00	4.75	4.00	6.50	3.75	4.25
J15	6.25	4.50	2.75	2.25	5.00	5.75	3.25
J16	6.25	5.50	5.00	4.25	6.00	5.00	5.00
J17	7.00	7.25	5.25	3.75	5.50	6.00	6.25
J18	7.50	7.50	6.00	4.00	7.00	5.50	6.00
J19	4.25	5.00	5.00	4.00	6.00	4.25	5.25
J20	7.25	3.50	4.25	3.00	7.25	6.50	1.75
J21	6.00	7.00	6.50	5.75	6.50	6.25	7.25
J22	6.75	3.75	4.75	4.00	6.50	3.50	4.00
J23	6.00	4.50	2.75	2.25	5.25	6.00	3.25
J24	6.75	5.50	5.25	3.75	6.25	5.25	4.75
J25	7.25	6.25	5.25	4.00	5.50	6.00	6.25
J26	7.50	7.00	6.00	4.25	7.00	5.50	6.50
J27	4.25	5.00	5.00	4.00	6.00	4.00	5.50
J28	7.25	3.00	3.25	2.25	7.00	6.25	1.75
J29	6.00	7.00	6.75	6.00	6.50	6.25	7.00
J30	7.00	3.75	4.75	4.00	6.50	3.50	4.25
J31	6.25	4.50	2.75	2.25	5.25	5.75	3.25
J32	6.50	5.00	4.75	3.00	6.50	5.75	5.25
Promedio	6.46	5.36	4.93	3.79	6.25	5.39	4.93

Anexo 4

Norma Técnica Peruana. NTP 211.015. Anís o Anisado

NORMA TÉCNICA	NTP 211.015
PERUANA	2008 (revisada el 2014)

Comisión de Normalización y de Fiscalización de Barreras Comerciales no Arancelarias - INDECOPI
Calle de La Prosa 104, San Borja (Lima 41) Apartado 145
Lima, Perú

BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Anís o anisado. Requisitos

ALCOHOLIC BEVERAGES. Anisette or aniseed. Requirements

2014-12-11
3ª Edición

R.0137-2014/CNB-INDECOPI. Publicada el 2014-12-28
I.C.S.: 67.160.10, 71.080.60
Descriptores: Bebida alcohólica, anís, anisado, requisito

Precio basado en 08 páginas
ESTA NORMA ES RECOMENDABLE

© INDECOPI 2014

Todos los derechos son reservados. A menos que se especifique lo contrario, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por cualquier medio, electrónico o mecánico, incluyendo fotocopia o publicándolo en el internet o intranet, sin permiso por escrito del INDECOPI.

INDECOPI

Calle de La Prosa 104, San Borja

Lima- Perú

Tel.: +51 1 224-7777

Fax.: +51 1 224-1715

sacreclamo@indecopi.gob.pe

www.indecopi.gob.pe

ÍNDICE

	página
ÍNDICE	ii
PRÓLOGO (de revisión 2014)	iii
PREFACIO	v
1. OBJETO	1
2. REFERENCIAS NORMATIVAS	1
3. CAMPO DE APLICACIÓN	3
4. DEFINICIÓN	4
5. CLASIFICACIÓN	4
6. REQUISITOS Y MÉTODOS DE ENSAYO	5
7. MUESTREO	7
8. ROTULADO Y ENVASADO	7
9. ANTECEDENTES	7

PRÓLOGO
(de revisión 2014)

A.1 La Norma Técnica Peruana (NTP) NTP 211.015:2008 BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Anís o anisado. Requisitos, 3ª Edición, se encuentra incluida en el Plan de Revisión y Actualización de Normas Técnicas Peruanas que cumplieron 10 años de vigencia.

A.2 La NTP referida, aprobada mediante resolución N° 0047-2008/INDECOPI-CNB, por la Comisión de Normalización y de Fiscalización de Barreras Comerciales no Arancelarias (CNB), fue sometida a consulta en el 2014 al Comité Técnico de Normalización (CTN) de Bebidas alcohólicas a fin de ratificar su vigencia.

A.3 El CTN de Bebidas alcohólicas recomendó mantener la vigencia de la NTP sin modificaciones y la comisión aprobó la versión revisada, el 11 de diciembre de 2014.

A.4 Los métodos de ensayo y de muestreo cambian periódicamente con el avance de la técnica. Por lo cual, recomendamos consultar en el Centro de Información y Documentación del Organismo de Normalización, la vigencia de los métodos de ensayo y de muestreo en esta NTP.

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

Secretaría	Sociedad Nacional de Industrias- Comité de la Industria de Bebidas Alcohólicas y Destilados
Presidente	Mercedes Valdivia Barreda Cartavio Rum Company S.A.C.
Secretaría	Carmen Chávez Juárez

ENTIDAD	REPRESENTANTE
CARTAVIO RUM COMPANY S.A.C.	Alfredo Andrés
GRUPO COMERCIAL BARI S.A.	Maritza Ratto
MANUEL MUÑOZ NAJAR S.A.C. INDUSTRIA LICORERA	Gustavo Tejada
AGRO INDUSTRIAL PARAMONGA S.A.A.	Carlos Horna M.
ALAMBIQUE TUMAN E.I.R.L.	Lilian Castillo R.
CASA GRANDE S.A.A.	Gloria Eslava
MINISTERO DE LA PRODUCCIÓN	Luis Guerrero
COLAROMO S.R.L.	Néstor Gallardo H.
FYAREPSAC	Mario Arce S. José Briceño
CONSULTOR	Francisco Loayza
COMAMIL E.I.R.L.	Cesar Lazo R.
CORLAU 88 S.A.C.	Lenin Lazo Quiroga
CERTILAB AP S.A.C.	Edgar Cárdenas
CERPER S.A.	Gloria Reyes Rossio Ramos
NSF INASSA	Emma Aguinaga

PREFACIO

A. RESEÑA HISTÓRICA

A.1 La presente Norma Técnica Peruana ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización de Bebidas alcohólicas, mediante el Sistema 2 u Ordinario, durante los meses de junio a octubre del 2008, utilizando como antecedentes a los documentos que se mencionan en el capítulo correspondiente.

A.2 El Comité Técnico de Normalización de Bebidas alcohólicas presentó a la Comisión de Normalización y de Fiscalización de Barreras Comerciales No Arancelarias –CNB-, con fecha 2008-10-17, el PNT 211.015:2008, para su revisión y aprobación, siendo sometido a la etapa de Discusión Pública el 2008-10-23. No habiéndose presentado observaciones fue oficializado como Norma Técnica Peruana NTP 211.015:2008 BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Anís o anisado. Requisitos, 3ª Edición, el 31 de enero de 2009.

A.3 Esta Norma Técnica Peruana reemplaza a la NTP 211.015:2005 BEBIDAS ALCOHOLICAS. Anís o anisado. Requisitos. La presente Norma Técnica Peruana ha sido estructurada de acuerdo a la Guías Peruanas GP 001:1995 y GP 002:1995.

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

Secretaría	Sociedad Nacional de Industrias- Comité de la Industria de Bebidas Alcohólicas y Destilados
Presidente	César Torres Contreras
Secretario	Luis Taipe Palacios

ENTIDAD	REPRESENTANTE
DESTILERÍAS UNIDAS S.A.C.	Mercedes Valdivia
GRUPO COMERCIAL BARI S.A.	José Pizarro
MANUEL MUÑOZ NAJAR S.A.	Gustavo Tejada
CASA GRANDE S.A.A.	Gloria Eslava Laiza
S.G.S. DEL PERÚ	Ebert Gala
INASSA	Karin Coz Martel
CERPER	Gloria Reyes
S.A.T. S.A.C.	Sara Torres
CERTILAB ALAS PERUANAS	Lisly Sedano
COLAROMO	Carlos Torres
MINISTERIO DE SALUD – DIGESA	Omar Dueñas Omar Bravo Magny Loayza
CONSULTOR	Francisco Loayza

---oooOooo---

BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Anís o anisado. Requisitos

1. OBJETO

Esta Norma Técnica Peruana establece las definiciones, requisitos, muestreo y métodos de ensayo, rotulado y envasado, que debe cumplir la bebida alcohólica denominada anís o anisado.

2. REFERENCIAS NORMATIVAS

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

2.1 Normas Técnicas Peruanas

2.1.1	NTP 210.001:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Extracción de muestras
2.1.2	NTP 210.003:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método de ensayo. Determinación de grado alcohólico volumétrico. Picnometría
2.1.3	NTP 210.019:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Definiciones

2.1.4	NTP 210.020:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método de ensayo. Determinación de aldehídos totales
2.1.5	NTP 210.021:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método de ensayo. Determinación de alcoholes superiores
2.1.6	NTP 210.022:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método de ensayo. Determinación de metanol
2.1.7	NTP 210.025:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método de ensayo. Determinación de furfural
2.1.8	NTP 210.027:2004	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Rotulado
2.1.9	NTP 211.003:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método de ensayo. Determinación de ésteres totales
2.1.10	NTP 211.004:2004	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método de ensayo. Determinación de grado alcohólico volumétrico
2.1.11	NTP 211.007:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Alcohol etílico. Rectificado, neutro (rectificado fino), extraneutro (rectificado extrafino). Requisitos
2.1.12	NTP 211.035:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método de ensayo. Determinación de metanol y de congéneres en bebidas alcohólicas y alcohol etílico empleado en su elaboración, mediante cromatografía de gases
2.1.13	NTP 211.040:2003	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método de ensayo. Determinación de acidez

2.1.14	NTP 211.045:2005	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Método de ensayo. Determinación de azúcar
2.1.15	NTP 211.047:2005	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Determinación de metales en bebidas alcohólicas. Método espectrofotometría de absorción atómica
2.1.16	NTP 211.048:2007	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Determinación de Turbidez. Método por turbidímetro
2.1.17	NTP 211.049:2007	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Metales. Requisitos
2.1.18	NTP 211.050:2008	BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Determinación de color. Método por espectrofotometría
2.2	Normas Metroológicas Peruanas	
2.2.1	NMP 001:1995	PRODUCTOS ENVASADOS. Rotulado
2.2.2	NMP 002:2008	Cantidad de producto en preenvases

3. CAMPO DE APLICACIÓN

Esta Norma Técnica Peruana se aplica en todas las actividades productivas y/o comerciales que involucren a la bebida alcohólica denominada anís o anisado.

4. DEFINICIÓN

Para los propósitos de esta Norma Técnica Peruana se aplica la siguiente definición complementaria a las establecidas en la NTP 210.019.

4.1 **anis (anisado):** Bebida alcohólica obtenida por aromatización de alcohol etílico rectificado o neutro o extraneutro con extractos naturales de anís estrellado (*illicium verum*), de anís verde (*pimpinella anisum*), hinojo (*foeniculum vulgare*), por uno de los procedimientos siguientes o una combinación de ellos:

- a) maceración y/o destilación,
- b) redestilación del alcohol con presencia de las semillas u otras partes de las plantas mencionadas anteriormente,
- c) adición de extractos destilados naturales de plantas anisadas,
- d) o empleo combinado de los tres métodos precedentes. Estas bebidas podrán ser adicionadas de azúcares, así como de otros aditivos permitidos por el correspondiente organismo de control.
- e) podrán utilizarse como complemento otros extractos vegetales naturales o semillas aromáticas, pero el sabor del anís deberá seguir siendo predominante.

NOTA: Para que la bebida reciba la denominación de anís, su aroma característico deberá provenir exclusivamente del anís verde (*pimpinella anisum*) y/o del anís estrellado (*illicium verum*) y complementariamente del hinojo (*foeniculum vulgare*).

5. CLASIFICACIÓN

El anís o anisado, de acuerdo con su contenido de azúcares, se clasifica en:

- Seco

- Semiseco
- Dulce

6. REQUISITOS Y MÉTODOS DE ENSAYO

6.1 Disposiciones generales

6.1.1 El alcohol etílico empleado en la elaboración del anís o anisado debe cumplir con los requisitos indicados en el capítulo 6 de la NTP 211.007.

6.1.2 Los aditivos alimentarios a utilizar en la elaboración de anís o anisado, así como los coadyuvantes de elaboración deben ser de grado alimenticio y aprobados por los correspondientes organismos de control.

6.2 Requisitos del proceso tecnológico

6.2.1 Las fábricas para elaboración y/o envasado de anís o anisado, deben cumplir con los dispositivos sanitarios vigentes, y hacer uso de buenas prácticas de manufactura.

6.3 Requisitos organolépticos (requisitos sensoriales)

6.3.1 Aspecto: Líquido cristalino, sin partículas en suspensión, ni sedimentos.

6.3.2 Aroma y sabor: Característico, predomina el aroma y sabor del anís, libre de olores y sabores extraños.

6.3.3 Color: Incoloro.

6.4 Requisitos fisicoquímicos

6.4.1 El anís o anisado deberá cumplir con los requisitos indicados en la siguiente tabla

Parámetro	Requisitos	Métodos de ensayo
Grado alcohólico a 20 °C, % Alc. Vol. ¹		NTP 211.004 o NTP 210.003
Seco	30 - 46	
Semiseco	25 - 46	
Dulce	20 - 46	
Azúcares totales expresados como sacarosa, en g/L		NTP 211.045
Seco	0 - 50	
Semiseco	50,1 - 150	
Dulce	150,1 - 250	
Metanol como metanol, (*)	Máx. 10	NTP 210.022 o NTP 211.035
Esteres totales como acetato de etilo, (*)	Máx. 250	NTP 211.003 o NTP 211.035
Furfural como furfural, (*)	Max. 0,5	NTP 210.025 o NTP 211.035
Total de congéneres ² (*)	Max. 8	NTP 211.040, NTP 210.020, NTP 210.022, NTP 211.003, NTP 211.021, NTP 210.025 o NTP 211.035
(*) : Expresado en mg/100 mL AA		
¹ En cuanto al grado alcohólico indicado en el rotulado, se permitirá una tolerancia de $\pm 0,5$ % Alc. Vol. en anís o anisado seco y $\pm 1,0$ Alc. Vol. en los otros tipos de anís o anisado		
² La determinación de congéneres se realiza con la suma de los resultados de: aldehídos, furfural, alcoholes superiores, y acidez volátil.		

6.4.2 Para metales pesados se realizará de acuerdo a la NTP 211.047 y NTP 211.049.

7. MUESTREO

Se realizará de acuerdo a la NTP 210.001.

8. ROTULADO Y ENVASADO**8.1 Rotulado**

Cada envase del producto objeto de esta Norma Técnica Peruana deberá estar rotulado de conformidad con la NMP 001, NTP 210.027 y cualquier otro dispositivo legal vigente aplicable.

8.2 Envasado

8.2.1 El envasado del producto objeto de esta norma debe cumplir con los requerimientos de la NMP 002 y cualquier otro dispositivo legal vigente aplicable.

8.2.2 Para el envasado del producto objeto de esta NTP, se emplearán envases y cierres adecuados, con las siguientes características: inertes, limpios y que no impartan al producto olores o sabores extraños ni sustancias nocivas que afecten la salud del consumidor. Los cierres deberán ser herméticos para asegurar la integridad del producto que contienen.

9. ANTECEDENTES

9.1 NTP 211.015:2005 BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Licor de anís o Anisado

9.2 NTC 411:2005 BEBIDAS ALCOHÓLICAS. Anís o anisado

NORMA TÉCNICA
PERUANA

NTP 211.015
8 de 8

- 9.3 REGLAMENTO (CE) No 110/2008 DEL PARLAMENTO EUROPEO Y DEL CONSEJO de 15 de enero de 2008, “Relativo a la definición, designación, presentación, etiquetado y protección de la indicación geográfica de bebidas espirituosas y por el que se deroga el Reglamento (CEE) no 1576/89 del Consejo”
- 9.4 CÓDIGO ALIMENTARIO ARGENTINO CAP. XIV “BEBIDAS ESPIRITUOSAS, ALCOHOLES, BEBIDAS ALCOHÓLICAS DESTILADAS Y LICORES”