



Escola Universitària d'Enginyeria
Tècnica Industrial de Barcelona
Consorci Escola Industrial de Barcelona

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA

Volumen III

PFC 1

PROYECTO FINAL DE CARRERA

A background image of a large, multi-story building with a central tower and many windows, likely a university building.

“Determinación analítica de la cafeína en diferentes productos comerciales”

PFC presentado para optar al título de Ingeniería
Técnica Industrial especialidad Química
por **Silvia Calle Aznar**

Barcelona, 12 de Junio de 2011

Tutor proyecto: Eva María Carral Mahía
Departamento de Química Industrial
Universitat Politècnica de Catalunya (UPC)

ÍNDICE DE ANEXO 7

ANEXO 7: PFC 1

Índice de ANEXO 7	1
ANEXO 7: PFC 1	1
Capítulo 1: Objetivo.....	5
Capítulo 2: Alcance.....	7
Capítulo 3: Resumen.....	9
Capítulo 4: Introducción.....	11
Capítulo 5: Bases xánticas.....	15
Capítulo 6: Propiedades de la cafeína.....	17
6.1. Propiedades químicas.....	17
6.2. Ruta metabólica y vida media.....	19
6.3. Mecanismos de acción.....	22
6.4. Propiedades farmacológicas de la cafeína.....	23
6.4.1. Efectos sobre el Sistema Nervioso Central.....	23
6.4.2. Efectos sobre el Sistema Cardiovascular.....	24
6.4.3. Efectos sobre en el Aparato digestivo.....	25
6.4.4. Efectos sobre el Sistema Muscular.....	25
6.4.5. Efectos sobre el Sistema respiratorio.....	26
6.4.6. Efectos sobre el Aparato Excretor.....	26
6.5. Efectos fisiológicos beneficiosos de la cafeína.....	27

6.6.	Efectos fisiológicos nocivos de la cafeína	28
Capítulo 7: La cafeína en productos comerciales		29
Capítulo 8: características de los productos comerciales		31
8.1.	CAFÉ.....	31
8.1.1.	Composición	31
8.1.2.	Características	34
8.1.3.	Origen	34
8.1.4.	Botánica y el café	35
8.1.5.	Tipos de café según su Origen	36
8.1.6.	Propiedades fisiológicas	36
8.2.	TÉ	37
8.2.1.	Composición	37
8.2.2.	Características	38
8.2.3.	Origen	39
8.2.4.	Botánica y el té	40
8.2.5.	Tipos de té	40
8.2.6.	Propiedades fisiológicas	41
8.3.	MATE	41
8.3.1.	Composición	41
8.3.2.	Características	42
8.3.3.	Origen	43
8.3.4.	Tipos de mate	43
8.3.5.	Propiedades fisiológicas	44
8.4.	CACAO	45
8.4.1.	Composición	45
8.4.2.	Características	46
8.4.3.	Botánica y el cacao	47
8.4.4.	Origen	47
8.4.5.	Propiedades fisiológicas	48
8.5.	CHOCOLATE.....	48
8.5.1.	Composición	48
8.5.2.	Características	49
8.5.3.	Origen	51
8.5.4.	Tipos de chocolate según sus componentes	52
8.5.5.	Propiedades fisiológicas	53
8.6.	GUARANÁ.....	54

8.6.1.	Composición	54
8.6.2.	Características	54
8.6.3.	Origen	55
8.6.4.	Propiedades fisiológicas	56
8.7.	BEBIDAS COLA.....	57
8.7.1.	Composición	57
8.7.2.	Características	57
8.7.3.	Origen	58
8.7.4.	Propiedades fisiológicas	59
8.8.	BEBIDAS ENERGETICAS	59
8.8.1.	Composición	59
8.8.2.	Características	60
8.8.3.	Origen	61
8.8.4.	Propiedades fisiológicas	61
Capítulo 9: Separación de la cafeína		63
9.1.	Aplicación de la técnica de extracción a la separación de la cafeína ...	64
9.2.	Extracción	66
9.2.1.	Extracción sólido-líquido	66
9.2.2.	Extracción líquido-líquido	67
9.2.3.	Disolventes para la extracción	68
9.2.4.	Emulsiones	69
9.3.	Filtración	70
9.4.	Evaporación	71
9.5.	Cristalización de compuestos orgánicos.....	72
9.5.1.	Elección del disolvente	73
9.5.2.	Recristalización de una sustancia usando una mezcla de disolventes 74	
9.6.	Desecantes	75
9.6.1.	Tipos de desecantes.....	75
Capítulo 10: Métodos analíticos para la determinación y caracterización de la cafeína		79
10.1.	Métodos cromatográficos	81
10.1.1.	Cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC)	82
10.1.2.	Cromatografía de gases (GC)	85
10.1.3.	Cromatografía en capa fina (TLC)	87
10.2.	Métodos espectroscópicos	90

10.2.1. Espectroscopia UV-Vis	91
10.2.2. Espectroscopia IR	93
10.2.3. Espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN)	95
10.3. Electroforesis capilar	97
10.4. Potenciometría	99
Capítulo 11: BIBLIOGRAFÍA	105
11.1. Bibliografía de Consulta	105
Índice de anexo	109
Anexo 1: Procedimientos Normalizados de trabajo (PNT's).....	111
ANEXO 2: FICHAS DE SEGURIDAD	149
2.1. FISQ: Acetona	151
2.2. FISQ: Cloroformo	155
2.3. FISQ: Sulfato de sodio anhidro	159
2.4. FISQ: Carbonato de sodio	163
2.5. FISQ: Éter de petróleo	169
ANEXO 3: Diagrama de Gantt	175
Anexos a la memoria	

CAPÍTULO 1:

OBJETIVO

El objetivo de este proyecto es el estudio de la cafeína en diferentes compuestos comerciales, su separación y determinación cuantitativa.

Se contemplan diferentes técnicas de análisis para poder determinar cuantitativamente el contenido de cafeína en un producto y establecer una aplicación óptima.

La técnica más favorable se escoge realizando un estudio estadístico comparativo y considerando otros aspectos importantes como la fiabilidad y el coste económico, así como también la capacidad y el instrumental del laboratorio.

CAPÍTULO 2: ALCANCE

Este proyecto abarca en primer lugar un estudio teórico de la cafeína, especificando características tanto físicas, como químicas, farmacológicas etc. A continuación se realiza un importante trabajo bibliográfico donde se recopilan las diferentes técnicas analíticas que nos permiten su determinación tanto cualitativa como cuantitativa en determinados productos que la contienen. El segundo paso es elegir alguno de esos productos que contienen cafeína y pasar a la parte experimental, aplicando esas técnicas analíticas pero para ello se realiza previamente una separación de la cafeína por el método de extracción.

Los resultados de estos análisis serán sometidos a un tratamiento estadístico que permitirán llegar a unas determinadas conclusiones.

Las técnicas analíticas especificadas en este proyecto pueden ser aplicadas también a otros productos que contengan cafeína, teniendo en cuenta, claro está, concentraciones y posibles interferencias. En nuestro caso y debido al tiempo de que disponíamos para realizar el proyecto nos hemos centrado en tres productos aunque nos gustaría poder ampliarlo a más como por ejemplo bebidas de cola, etc.

CAPÍTULO 3: RESUMEN

Este proyecto consta de dos partes, una teórica en la que se especifican fórmula, propiedades, productos que contienen cafeína y cantidades aproximadas, métodos analíticos de separación y de determinación etc. Esta memoria contiene la información básica de los productos como el café, té, cacao, chocolate o bebidas carbonatadas; así como los procedimientos previos que se deben realizar a las técnicas analíticas como HPLC, espectrofotometría, potenciometría o fluorometría. Estos procedimientos previos son extracción, filtración, evaporación, cristalización o la utilización de desecantes que nos permiten obtener la sustancia concentrada para poder proceder a los posteriores análisis que permitirán la determinación de la cafeína.

La segunda parte se trata de una puesta en práctica de dichos métodos tanto de procesos de extracción como de análisis de la cafeína en distintos productos determinando en cada caso la cantidad obtenida.

También en este proyecto se tienen en cuenta las normas de Calidad como "Las Buenas Prácticas de Laboratorio" (GMP) y aspectos medioambientales como la gestión de residuos.

CAPÍTULO 4:

INTRODUCCIÓN

La cafeína es un polvo inodoro, incoloro y amargo. Friedrich Ferdinand Runge la aisló del café en 1819 y del té en 1827, pero su estructura química no se describió hasta 1875 por E. Fischer. La cafeína (1, 3, 7-trimetilxantina) y los otros alcaloides metilxantínicos, como la teobromina (3, 7- dimetilxantina) y la teofilina (1, 3-dimetilxantina), son derivados del grupo de las xantinas, que a su vez se derivan de las purinas. También es conocida por el nombre teína, guaranína o mateína.

La cafeína ha sido consumida durante siglos a pesar de los intentos repetidos de prohibir su uso por motivos morales, económicos, médicos o políticos. El descubrimiento del café tuvo lugar en el siglo IX en Arabia. Se cultivó por primera vez en Etiopía, de la misma forma que el té en China y el cacao en América del Sur. En el siglo XV se desarrolló la técnica de tostar y moler los granos de café y el consumo de los productos con cafeína se expandió rápidamente por todo el mundo.

La cafeína es una sustancia que se encuentra en ciertas plantas naturales y puede producirse sintéticamente en laboratorio. Se localiza en cantidades variables en las semillas, las hojas y los frutos de algunas plantas, donde actúa como un pesticida natural que paraliza y mata ciertos insectos que se alimentan de las plantas. Se encuentra en el café, té, chocolate, yoco, cacao y, en bebidas de cola y energéticas. También se encuentran en bebidas que contienen guaraná y a menudo como ingrediente en los suplementos de pérdida de peso y energizantes, las bebidas deportivas, preparaciones herbales y analgésicos.

El café, té y los refrescos son las fuentes de cafeína consumidas con mayor frecuencia. Las dosis presentes en los suplementos, las bebidas y las medicinas de venta sin receta no varían mucho. Los expertos recomiendan generalmente limitar la ingesta en torno a 300 mg al día.

Seguidamente, se ofrece una tabla con el contenido de cafeína de la mayoría de los productos que la contienen, que se encuentra en internet y en diferente

bibliografía, así como en los informes de la FAO (ONU), de la OCU (España), de la FAA (EEUU) y de la de EUFIC//FACU (Europa) y de los prospectos de los medicamentos (Tabla 1).

La cafeína es la sustancia psicoactiva más ampliamente utilizada en el mundo, y su consumo para favorecer la alerta y aliviar el cansancio no produce daño en la mayoría de las personas. Aunque más débil que otros estimulantes, la cafeína comparte ciertos síntomas de la intoxicación, tolerancia y abstinencia causados por esas sustancias en algunos individuos.

La cafeína es un estimulante del sistema nervioso central relativamente débil. Tiene efecto diurético y estimulante del miocardio. Relaja los músculos lisos, favorece la vasodilatación, contrae las arterias cerebrales, aumenta la secreción ácida del estómago y potencia la contracción del músculo esquelético. Las dosis orales de 200 mg pueden elevar el humor, causar insomnio, aumentar la irritabilidad, inducir ansiedad y disminuir el cansancio. La ingesta crónica o intensa, de 500 mg o más al día, causa intoxicación que se manifiesta con nerviosismo, insomnio, hiperacidez gástrica, contracciones musculares, confusión, taquicardia o arritmia cardíaca y agitación psicomotriz. La ingesta de una dosis letal es extremadamente rara, pero puede ocurrir con fármacos que contienen cafeína o con la infesta oral de 10 g.

Se ha descrito dependencia física y psicológica con el consumo crónico de más de 500 mg/día. Sin embargo, la dependencia puede ocurrir en algunos individuos con dosis menores. Los síntomas de abstinencia comunicados con mayor frecuencia incluyen cefalea, irritabilidad, somnolencia y cansancio, que aparecen entre 12-24 horas después de suspender la ingesta.

Tabla 1. Contenido de cafeína en diferentes productos

	Volumen/peso	Rango de cafeína (mg)	Promedio de cafeína (mg)
Café			
Tostado	100 ml	41-83	60
Instantáneo	100 ml	27-72	50
Tostado descafeinado	100 ml	0,4-7	2,4
Instantáneo descafeinado	100 ml	5-1	3
Té			
Negro	100 ml	10-46	25
Verde	100 ml	8-17	12
Blanco	100 ml	2-11	6
Rojo	100 ml	5-30	18
Té helado	100 ml	4-21	12
Productos de Chocolate			
Grano de cacao	100 g	0,1-0,5	0,2
Cacao en polvo	10 g	10-16	12
Chocolate negro	100 g	17-118	68
Chocolate blanco	100 g		~ 0
Chocolate amargo	100 g	16-34	24
Chocolate con leche	100 g	1-38	20
Chocolate a la taza	100 ml	1-49	34
Leche con chocolate	100 ml	1-7	3
Bebidas de cola			
Colas	330 ml	3-7	4
Colas descafeinadas	330 ml		~ 0
Cola light	330 ml	2-7	4
Colas light descafeinadas	330 ml		~ 0
Bebidas energéticas			
	330 ml	10	9-12
Guaraná			
Bebidas con guaraná	330 ml	0,1-12	8
Pasta de guaraná	100 g	2,5-5	4
Mate			
	100 ml	0,2 - 2	1,5
Postres congelados			
	100 ml	21-35	25
Medicamentos Sin Receta			
	1 dosis	36-200	102

CAPÍTULO 5: BASES XÁNTICAS

Las bases xánticas o púricas son alcaloides derivados de la purina. Concretamente, provienen del anillo de la purina que se forma a través de la condensación de una pirimidina con un imidazol. Poseen una estructura cristalina y su fórmula molecular es $C_3H_4N_2$. Las más importantes son las metilxantinas: cafeína, teofilina y teobromina, conocidas respectivamente como 1,3,7-trimetilxantina, 1,3-dimetilxantina y 3,7-dimetilxantina.

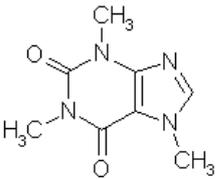
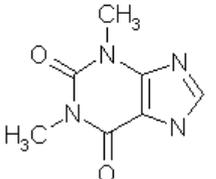
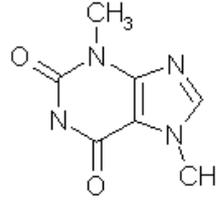
Las metilxantinas actúan como estimulante del Sistema Nervioso Central, facilitando la memorización, la asociación de ideas y la percepción de los sentidos. El consumo de dosis elevadas produce excitación, ansiedad e insomnio, temblor, hiperestesia (aumento exagerado de la sensibilidad en general), hiporreflexia (diminución de los reflejos), alteraciones maníacas y convulsiones. También, pueden dar lugar a la aparición de dependencia: dolor de cabeza, irritabilidad y somnolencia patológica.

Las metilxantinas presentan una acción diurética debida a un aumento de la filtración glomerular y una disminución de la reabsorción tubular. Al mismo tiempo, tienen actividad digestiva ya que aumentan las secreciones gastrointestinales y ejercen acción procinética gastrointestinal, y movimiento lipolítico, activando la lipólisis y el desplazamiento de grasas.

Estos alcaloides ejercen un efecto estimulante sobre el sistema nervioso central, cuyo mecanismo de acción parece estar relacionado con la inhibición de las fosfodiesterasas del AMPc y en menor medida del GMPc, incrementando por ello las concentraciones de estos importantes mediadores celulares. Además, funcionan como estimulante cardiaco ya que tienen efectos cronotrópicos e inotrópicos positivos.

Asimismo, las bases xánticas producen vasoconstricción en el lecho vascular cerebral y, especialmente la teofilina, ejercen una relajación del músculo liso bronquial. El efecto estimulante de la corteza cerebral aumenta también la autoestima y disminuye los estadios depresivos.

Tabla 2. Diferencias y características de las metilxantinas

Nombre común	Nombre y estructura	Propiedades físicas	Aplicaciones
Cafeína	<p>1,3,7-trimetilxantina 1,3,7-trimetil-2,6-dioxopurina</p> 	<p>Cristaliza en forma de prismas hexagonales Funde a 237°C Sublima a 176°C pH de 6,9 en disolución acuosa al 1% Soluble en alcohol, agua, acetona y cloroformo</p>	<p>En farmacia se emplea en la fabricación de analgésicos como excitante del sistema nervioso. En veterinaria se usa como estimulante cardíaco y respiratorio, también como agente esterilizador contra plagas. En industria alimentaria se utiliza en la fabricación de bebidas de cola y energéticas como aromatizante.</p>
Teofilina	<p>1,3-dimetilxantina 1,7-dimetil-2,6-dioxopurina</p> 	<p>Cristaliza en el sistema monocíclico Sublima a 270-274 °C Soluble en cloroformo agua y en menor medida en alcohol</p>	<p>En farmacia se emplea en la fabricación de medicamentos. De uso indicado en el tratamiento sintomático del asma. Contraindicado en enfermos con hipersensibilidad a las xantinas.</p>
Teobromina	<p>3,7-dimetilxantina 3,7-dimetil -2,6-dioxopurina</p> 	<p>Cristaliza como agujas en el sistema monocíclico Funde a 357°C Sublima a 290-295 °C Soluble en alcohol y agua Insoluble en benceno, éter, cloroformo y tetracloruro de carbono</p>	<p>Tiene efectos diuréticos, así como estimulante cardíaco y vaso dilatador, y relajante muscular. Responsable de los efectos aditivos del chocolate</p>

CAPÍTULO 6: PROPIEDADES DE LA CAFEÍNA

6.1. Propiedades químicas

La cafeína es un alcaloide del grupo de las xantinas, concretamente pertenece a la familia de las metilxantinas, que también incluye los compuestos teofilina y teobromina, con estructura química similar y con equivalentes efectos en el organismo.

Su fórmula química es $C_8H_{10}N_4O_2$, con una masa molecular de 194,19 g/mol. Es una molécula química aquiral, y por lo tanto, no tiene enantiómeros ni tiene estereoisómeros. Presenta la siguiente fórmula molecular:

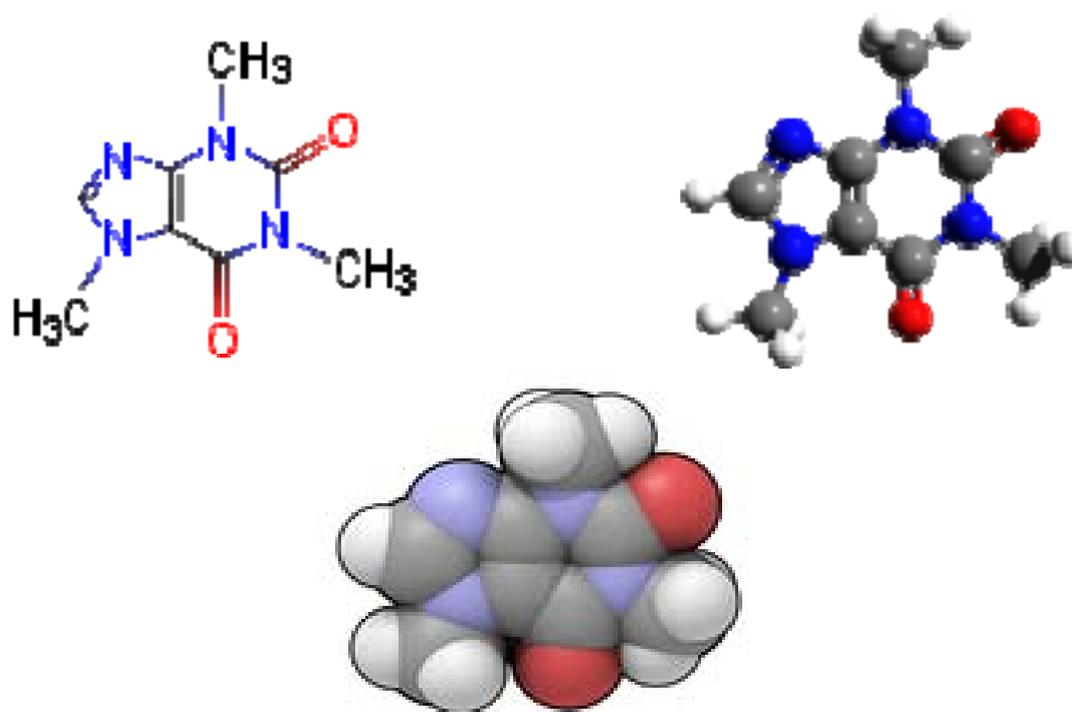


Figura 1. Estructura molecular de la cafeína

Su nombre sistemático es 1,3,7-trimetilxantina, 1,3,7-trimetil-2,6-dioxopurina o 3,7-dihidro-1,3,7-trimetil-1H-purina-2,6-diona. También es conocida como trimetilxantina, teína, mateína, guaranína, metilteobromina o metilteofilina, ya que se obtiene por extracción de materiales vegetales como el café, té, guaraná, chocolate, yerba mate o la nuez de cola.

En estado puro es un sólido cristalino blanco inodoro en forma de agujas blancas o polvo, con un gusto muy amargo, que tiene una densidad de 1,23 g/ml, un punto de fusión de 237 °C y es eflorescente en contacto con aire. A presión atmosférica sublima a 176 °C, sin descomposición. También, puede cristalizar en forma de prismas hexagonales.

Esta sustancia es soluble en agua y es función directa de la temperatura. A 25 °C se disuelven 22 mg de cafeína en 1 ml de agua, mientras que a 80 °C se diluyen 180 mg/ml y a 100 °C lo hacen 670 mg/ml. Es muy soluble en agua hirviendo en la que cristaliza como monohidrato, ya que va perdiendo progresivamente la molécula de agua, hasta que lo hace totalmente a los 100 °C.

Sin embargo tiene más afinidad por algunos disolventes orgánicos, como el cloroformo (CHCl₃) y el diclorometano (CH₂Cl₂), que a su vez son casi inmiscibles en agua.

La cafeína puede formar combinaciones estables con sales alcalinas de ácidos débiles, como el benzoato y silicato de sodio, pero su reacción con ácidos da lugar a compuestos muy inestables. Se descompone fácilmente por la acción de álcalis calientes y por cloro.

6.2. Ruta metabólica y vida media

Casi el 100% de la cafeína ingerida, es rápidamente absorbida a partir del tracto gastrointestinal, aumentando su concentración en el plasma sanguíneo a un nivel máximo ($M_{\text{áx.}}$) en unos 30-45 minutos. Una vez integrada en el torrente circulatorio, la cafeína se introduce rápidamente en todos los tejidos corporales. Para su excreción, dada su gran capacidad de permear las membranas, la cafeína debe transformarse en sus metabolitos.

El periodo de semieliminación de la cafeína (el tiempo requerido para que el cuerpo elimine la mitad de la presente en el plasma sanguíneo, es decir, la vida media) oscila entre horas y días, dependiendo de la edad, el sexo, la mediación y las condiciones de salud. Los recién nacidos carecen de los enzimas precisos para metabolizar la cafeína; en ellos, el tiempo de semieliminación es de 3-4 días. En los fumadores es más breve (3 horas) que en los no fumadores (3-7 horas). En las mujeres gestantes es de 18 horas y en los pacientes con insuficiencia hepática (deterioro severo de la función hepática; del hígado) es también más prolongado que en los que no tienen trastornos de esta naturaleza.

La cafeína puede sufrir las siguientes transformaciones metabólicas:

1. Desmetilación inicial para dar origen a dimetilxantinas como teofilina, teobromina y paraxantina (1,7-dimetilxantina).
2. Oxidación en C, para generar el ácido 1,3,7-trimetilúrico.
3. Hidratación y ruptura del anillo, en C8 y N9, para dar dimetiluracilo.

Las dimetilxantinas sufren luego una nueva desmetilación y se metabolizan a través de reacciones similares a 2 y 3.

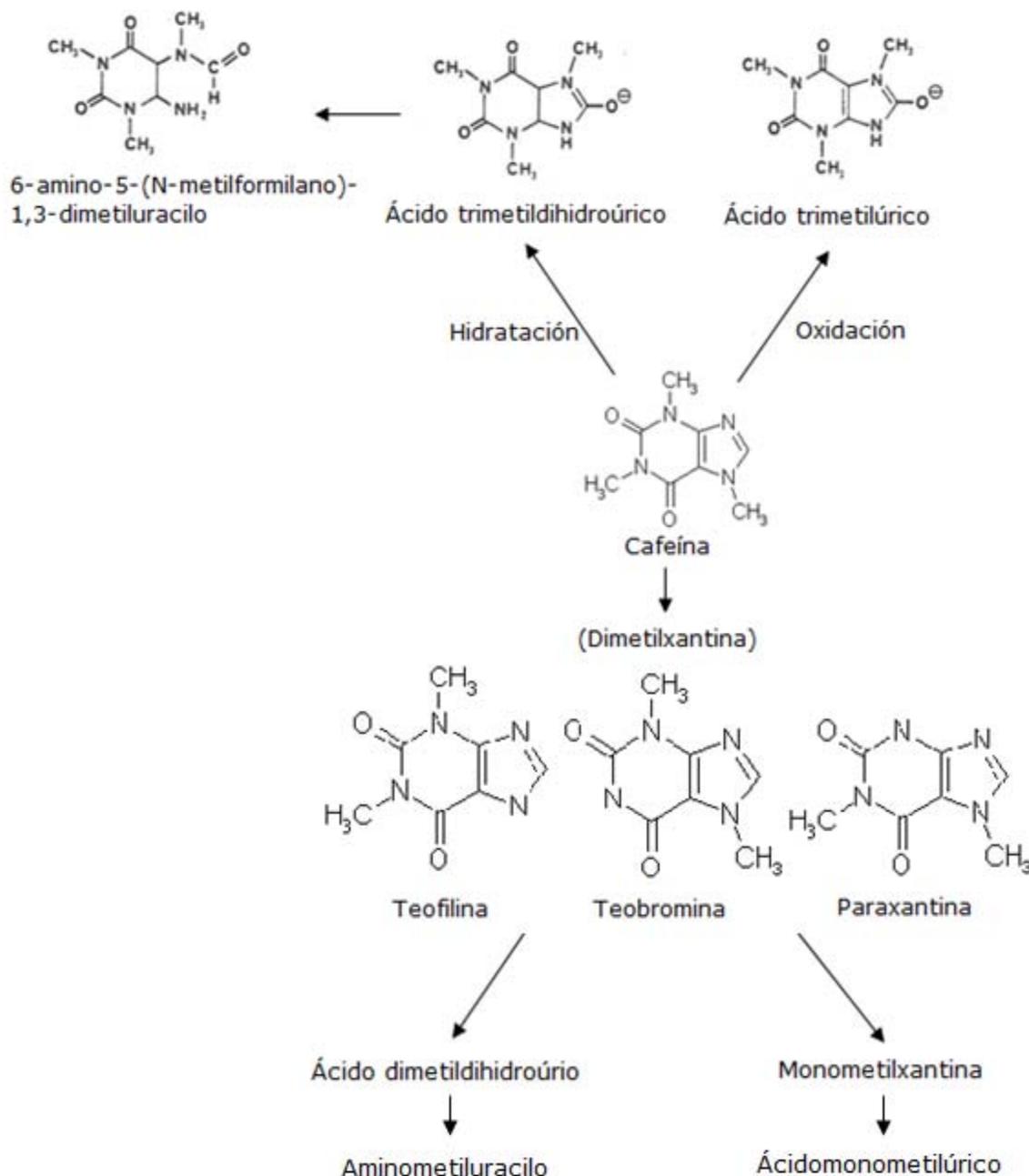


Figura 2. Transformaciones metabólicas de la cafeína

La cafeína presenta una cinética de eliminación de tipo Michaelis-Menten, resultando en una farmacocinética no lineal a dosis altas por saturación enzimática. El isoenzima del citocromo P-450 (CYP) hepático, subfamilia 1A, gen 2 (abreviado CYP1A2) metaboliza por desmetilación la mayor parte de cafeína (95%), transformándola en:

- Paraxantina (84%): Incrementa la lipólisis induciendo el incremento de niveles de glicerol y ácidos grasos libres en el plasma sanguíneo.
- Teobromina (12%): Dilata los vasos sanguíneos e incrementa el volumen de orina. La teobromina es también el principal alcaloide en el cacao.

- Teofilina (4%): Relaja el músculo liso de los bronquios y es así utilizada para el tratamiento del asma. La dosis terapéutica de teofilina es sin embargo de un múltiplo mayor al obtenido por el metabolismo de la cafeína.

Posteriormente se metaboliza también por la CYP1A2 en monoxantinas, que serán sustrato de la xantinaoxidasa. La N-acetiltransferasa-2 metaboliza la paraxantina a 5-acetilamino-6-formilamino-3-metiluracilo (AFMU). Intervienen de forma minoritaria otras enzimas como la CYP2E1 (isoenzima del citocromo P450, subfamilia 2E, gen 1), y CYP3A3 (isoenzima del citocromo P450, subfamilia 2A, gen 3). Se han descrito hasta 25 metabolitos. Sólo entre un 1-2% de la dosis ingerida de cafeína se excreta sin cambios en orina. La cafeína se considera el sustrato prototipo y marcador del fenotipo metabolizador del CYP1A2 (razón paraxantina/cafeína) en plasma y saliva.

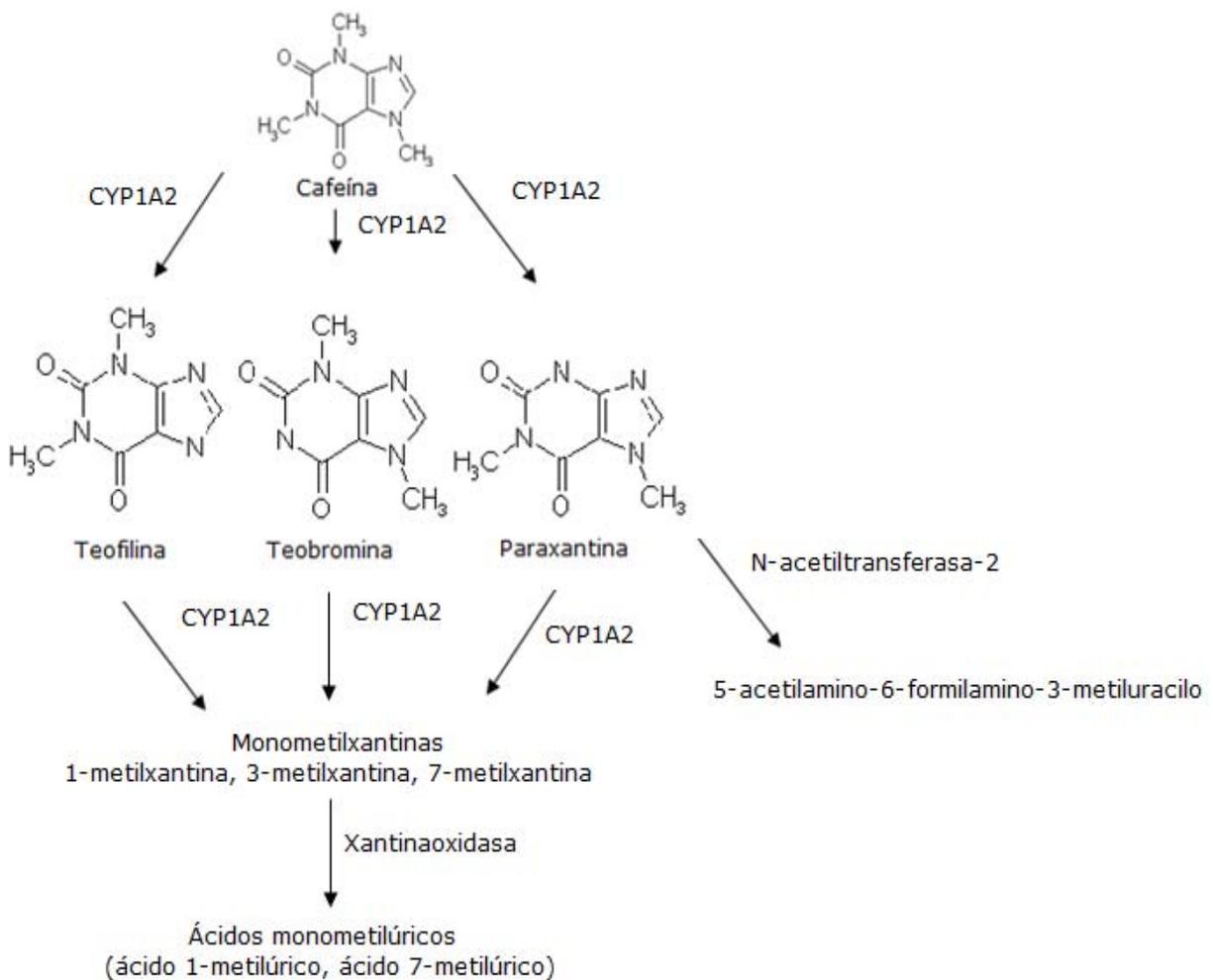


Figura 3. Metabolismo de la cafeína

6.3. Mecanismos de acción

El mecanismo de acción de la cafeína se basa en el bloqueo de los receptores A1 y A2a de adenosina del sistema nervioso central. Esto produce una inhibición de la fosfodiesterasa que da lugar a un aumento de las concentraciones de AMPc y de GMPc, una activación de canales de K⁺ y una inhibición de los canales de calcio de tipo N (es un tipo de canales de calcio dependientes de voltaje, se denomina así porque parece ser específico del sistema nervioso y de tejidos relacionados con éste).

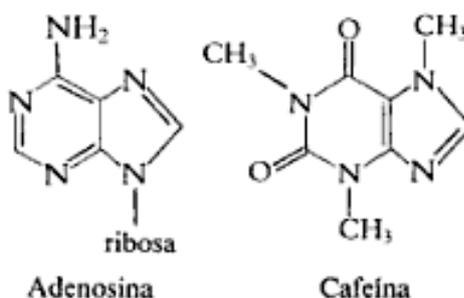


Figura 4. Estructura molecular de la cafeína y la adenosina

De hecho, la cafeína es considerada un antagonista competitivo de los receptores de adenosina, localizados en las membranas celulares del sistema nervioso central y del sistema nervioso periférico. La adenosina se comporta como un autacoide (neuromodulador), esto es, una especie de neurotransmisor que regula las funciones celulares. La adenosina, al actuar sobre receptores específicos de la superficie de ciertas células, produce sedación, regula la entrega de oxígeno a las células, dilata los vasos sanguíneos celulares y coronarios, produce broncoespasmo (asma) y normaliza otros procesos metabólicos. Las neuronas que liberan adenosina constituyen un importante sistema depresor del sistema nervioso central, que es bloqueado por la cafeína.

No parece que exista una vía de la adenosina en el sistema nervioso central; más bien, la adenosina a través de su acoplamiento en receptores sensibles a la cafeína, indirectamente inhibe la liberación de muchos tipos de neurotransmisores como noradrenalina, dopamina, acetilcolina, glutamato y GABA (ácido-β-aminobutírico). El bloqueo de los receptores de adenosina por la cafeína parece aumentar la actividad de esos neurotransmisores, especialmente de la dopamina y la acetilcolina. Dicho de otro modo, la administración oral de cafeína aumenta la liberación de dopamina y acetilcolina por antagonismo de los receptores locales de adenosina. El aumento de la actividad dopaminérgica explica los efectos reforzadores de la cafeína.

El consumo crónico de la cafeína puede incrementar el número de receptores de adenosina en el sistema nervioso central (tolerancia).

6.4. Propiedades farmacológicas de la cafeína

La cafeína es el estimulante leve psicoactivo más consumido en el mundo. Se encuentra en bebidas no alcohólicas: café, té, cacao, chocolate, bebidas carbonatadas y gran variedad de fármacos de prescripción y venta directa.

En relación con las propiedades farmacológicas de las metilxantinas, éstas ejercen diferentes efectos sobre diversos sistemas de nuestro organismo. La cafeína es un estimulante del sistema nervioso central, el sistema respiratorio, el aparato cardiovascular y permite a algunos músculos mayor facilidad en la contracción.

Las acciones farmacológicas más significativas son las ejercidas sobre el sistema nervioso central y el aparato cardiovascular. La cafeína es el derivado xántico que ejerce la estimulación más potente sobre el sistema nervioso central, con acción cortical, bulbar y medular.

A dosis bajas estimula, además de los centros bulbares (respiratorio y vaso motor), la corteza cerebral, exaltando las funciones sensoriales y químicas, y produciendo, entre otros efectos, disminución de la sensación de fatiga y abatimiento. A dosis muy elevadas actúa sobre la médula espinal, pudiendo aparecer un cuadro de hiperexcitabilidad muscular y convulsiones.

La cafeína es un estimulante cardíaco: aumenta la frecuencia y fuerza de contracción del corazón e incrementa el gasto cardíaco. Es un vasodilatador a nivel periférico y un vasoconstrictor a nivel de las arterias cerebrales. La cafeína favorece la liberación del calcio en el músculo estriado, posee la capacidad de producir contracciones sin modificar el potencial activador.

6.4.1. *Efectos sobre el Sistema Nervioso Central*

La cafeína es un potente estimulante del sistema nervioso central, y actúa primero sobre la corteza cerebral, después sobre el bulbo, y finalmente sobre la médula espinal.

La cafeína produce de forma dosis dependiente una activación generalizada del sistema nervioso central, posiblemente al aumentar la liberación de noradrenalina. Aumenta la alerta, reduce la sensación de cansancio y fatiga, aumenta la capacidad de mantener un esfuerzo intelectual y mantiene el estado de vigilia a pesar de la privación de sueño. Además, mediante la inhibición de los receptores A₂, la cafeína tiene una acción reforzante mediante la liberación de dopamina en el circuito cerebral de recompensa (sistema mesolímbico y nucleus accumbens). Esta acción se explicaría por un aumento de la fosforilación del DARPP-32 (fosfoproteína de la regulación de dopamina y AMPC).

a) Corteza cerebral

A nivel de la corteza cerebral produce un rápido y claro flujo del pensamiento que disminuye el sueño y la fatiga, favorece la asociación de ideas y acorta el tiempo de reacción. Este efecto depende proporcionalmente de la dosis, ya que a medida que la dosis de cafeína se aumenta, se producen signos de estimulación progresiva del sistema

nervioso central, incluyendo nerviosismo o ansiedad, inquietud, insomnio, temblores a hiperestesia e inclusive se puede llegar a convulsiones, en ocasiones refractarias a los agentes anticonvulsivantes.

En el sistema motor facilita la ejecución de tareas monótonas disminuyendo la posibilidad de errores y aumentando la eficacia, que suele dar base a la productividad individual. Esto ocurre a menudo a dosis de 150-250 mg, cantidad equivalente a 1-2 tazas de té o café.

b) Bulbo

La cafeína estimula los centros respiratorios bulbares. Al parecer, incrementan la sensibilidad de los centros bulbares a las acciones estimulantes del CO₂ y aumentan el volumen respiratorio por minuto, con cualquier cifra de presión de CO₂ alveolar. Esta acción es particularmente notable en estados patológicos como la respiración de Cheyne-Stokes (repetición rítmica de movimientos respiratorios, cuya profundidad aumenta progresivamente hasta llegar a una amplitud máxima y disminuye luego para terminar en una fase de apnea) y la apnea (enfermedad del aparato respiratorio) de los niños prematuros y cuando hay depresión respiratoria por efecto de medicamentos como los opioides.

La cafeína puede producir náuseas y vómitos por acciones a nivel del sistema nervioso central (estimulación del centro del vómito, a nivel del bulbo) al menos en forma parcial.

c) Médula espinal

A nivel de la médula espinal la cafeína estimula los centros respiratorios, vasomotores y vágales oponiéndose al efecto producido por los barbitúricos y otros depresores o sedantes en general.

6.4.2. Efectos sobre el Sistema Cardiovascular

La cafeína en el sistema cardiovascular tiene una importante acción circulatoria. Estimulan directamente al músculo cardiaco aumentando la fuerza de contracción, frecuencia y capacidad eyectiva (capacidad expulsiva); su efecto inotrópico, movimiento del corazón, va acompañado de un aumento en la duración de la acción del músculo atrial, todo lo cual resulta en una taquicardia y un aumento de la tensión arterial. Además, estimulan las catecolaminas de la médula suprarrenal. A nivel de los vasos causan dilatación coronaria y pulmonar, aumentan la resistencia vascular cerebral con decrecimiento de la circulación cerebral total y la tensión de oxígeno, vasoconstricción que se sospecha sea responsable del alivio de la cefalea hipertensiva. Así, los efectos generales de estimulación de estos psicotrópicos a nivel de la circulación son impredecibles pero exceden en un aumento de la tensión arterial.

a) Corazón

La cafeína a dosis terapéuticas, originan incrementos moderados en la frecuencia cardíaca y cambios en los parámetros cardíacos, congruentes con un incremento en la fuerza contráctil y una menor precarga, lo que condiciona un aumento del trabajo cardíaco.

A concentraciones mayores, la cafeína causa taquicardia, los individuos sensibles pueden sufrir arritmias como contracciones ventriculares prematuras. También pueden surgir arritmias en personas que consumen

bebidas con cafeína en exceso. Al parecer, es pequeño el peligro de inducir arritmias en sujetos normales y se sabe que las personas con cardiopatía isquémica o arritmias ventriculares preexistentes toleran cantidades moderadas de cafeína sin mostrar aumento notable en la frecuencia de arritmias.

b) Circulación coronaria

A grandes dosis estos agentes también relajan el músculo liso vascular, excepto en los vasos sanguíneos cerebrales, donde causan contracción. Esta vasodilatación conlleva a: una disminución de la precarga; un incremento del flujo sanguíneo coronario y; una disminución modesta de la resistencia vascular periférica con disminución discreta de la presión arterial diastólica y un aumento también discreto de la presión arterial sistólica sin cambios importantes en la presión arterial media. Pero cuando la cafeína se administra por vía intravenosa en forma rápida puede provocar una intensa hipotensión arterial, paro cardíaco.

Sin embargo, el consumo normal de café y otras bebidas que contienen cafeína suele aumentar ligeramente la resistencia vascular periférica y la presión arterial, probablemente debido a la liberación de catecolaminas.

c) Circulación cerebral

Tanto la cafeína como la teofilina provocan disminución del flujo sanguíneo cerebral por vasoconstricción, aliviando de esta manera la cefalea. Se piensa que la cafeína aumenta la absorción entérica de la ergotamina. La ergotamina frena las crisis de migraña gracias a la actividad vasotónica específica que ejerce en las arterias extracraneales distendidas.

6.4.3. Efectos sobre en el Aparato digestivo

La cafeína, suministrada por vía bucal o parenteral, estimula la secreción tanto de ácido gástrico como de enzimas digestivas, aumentando tanto la secreción de ácido clorhídrico como la pepsina.

La cafeína aumenta la liberación de productos secretores de muchos tejidos endocrinos y exocrinos. Muchas propiedades terapéuticas y tóxicas de la cafeína implican probablemente acciones sobre procesos secretores, pero la contribución cuantitativa de estas acciones no está todavía bien definida. También, provoca un aumento de la concentración de catecolaminas circulantes, elevando la actividad de resina plasmática, etc.

Las bebidas descafeinadas también tienen un potente efecto estimulante, lo cual indica que la cafeína no es el principal estimulante de esta secreción.

6.4.4. Efectos sobre el Sistema Muscular

a) Efectos sobre el Músculo Liso

La broncodilatación es el principal efecto terapéutico que produce la cafeína. Lo malo es que sus efectos sobre el sistema nervioso central limitan su dosificación. Además de sus efectos sobre el músculo liso de la vía aérea, este fármaco puede inhibir la liberación de histamina inducida

por antígenos, y puede tener efectos antiinflamatorios ya que existe evidencia de que atenúa las reacciones tardías del asma.

b) Efectos sobre el Músculo Esquelético

La cafeína puede mejorar la contracción del músculo esquelético y a concentraciones terapéuticas, mejorando la contractilidad del diafragma. Este efecto en el músculo esquelético puede mejorar la respuesta ventilatoria y disminuir la apnea en pacientes con obstrucción no reversible. No se conoce el mecanismo exacto, lo que si se observa es que los mismos pueden contribuir a mejorar la función ventilatoria y disminución de la sensación de disnea en pacientes con enfermedades pulmonares obstructivas crónicas.

6.4.5. Efectos sobre el Sistema respiratorio

La cafeína es un claro estimulante respiratorio que actúa sobre el centro bulbar respectivo, siendo el efecto más notable si este centro está deprimido por drogas tales como la morfina, que puede observarse en los animales y en el hombre.

La cafeína provoca un aumento de la frecuencia y amplitud de los movimientos respiratorios, y como consecuencia una disminución de la tensión del CO₂ en el aire alveolar. La cafeína también tiene una acción relajante sobre los bronquiolos. Puede ser útil en el caso de asma bronquial (broncoconstricción), produciendo un aumento de la capacidad vital, con mejora de la disnea (dificultad de respirar) como consecuencia de la broncodilatación.

6.4.6. Efectos sobre el Aparato Excretor

La cafeína incrementa la producción de orina (aumenta el volumen urinario), pero es un diurético débil.

Bajo los efectos de la cafeína, no solo aumenta la secreción de agua sino también de los iones de sodio i cloruro, y en menor grado el ion potasio.

Actualmente se acepta que la cafeína produce su acción diurética y salurética (eliminación de los iones de Na⁺ y Cl⁻). Este efecto se debe tanto a un aumento en la tasa de filtración glomerular, como a una disminución de la reabsorción tubular de sodio (y así también del agua, que sigue pasivamente al sodio y al cloruro) a nivel especialmente del túbulo proximal.

A pesar de lo comentado en este apartado, la cafeína no se usa como diurético debido a su escasa potencia y por ser un estimulante del sistema nervioso central.

6.5. Efectos fisiológicos beneficiosos de la cafeína

La cafeína es uno de los estimulantes bioquímicos de mayor consumo en bebidas naturales. Este compuesto tiene efectos significativos importantes y profundos en la bioquímica y la fisiología celular. Se encuentra en algunos medicamentos para el resfriado, para el dolor, y supresores del apetito. En las plantas, la cafeína actúa como protector, causando parálisis y muerte en insectos.

La cafeína también ejerce su acción sobre la función renal al aumentar el flujo sanguíneo a través del riñón y la disminución en la reabsorción de sal. Esto explica el efecto diurético del café. La cafeína tiene propiedades importantes, entre ellas las siguientes:

- **Aporta energía y disminuye la depresión.** La cafeína estimula el sistema nervioso, facilitando la coordinación, mejorando el estado de ánimo y la motivación. Incrementa la energía, la resistencia y la rapidez, y disminuye el cansancio.
- **Ayuda a estar alerta y concentrarte.** Incrementa la capacidad de estar en un máximo estado de alerta y concentración. Al aumentar la actividad mental reduce el sueño.
- **Reducción del dolor de cabeza.** Reduce los dolores de cabeza, pues éste se debe a la tensión de los vasos sanguíneos del cerebro y la cafeína puede dilatarlos, reduciendo la intensidad del dolor. Ayuda a que los analgésicos proporcionen efecto más rápidamente.
- **Evita coágulos sanguíneos.** La cafeína se utiliza en la elaboración de medicamentos para evitar coágulos sanguíneos que causan ataques cardíacos y embolias cerebrales.
- **Reduce el riesgo de sufrir Parkinson.** A pesar de no haberse demostrado una relación dosis respuesta, la cafeína podría disminuir el riesgo de aparición de la enfermedad de Parkinson (EP) en hombres y en mujeres. El uso de estrógenos, incluso en histerectomizadas, impediría su efecto beneficioso. No queda claro si la disminución del riesgo de la EP por la cafeína es independiente o no del tabaco y el alcohol. De ser así, se establecería las bases para el uso de antagonistas de receptores de adenosina A2A y agonistas nicotínicos en el tratamiento de la EP. También se ha sugerido el uso de la cafeína en otras enfermedades neurodegenerativas: enfermedades de Alzheimer y de Huntington
- **Mejora el asma y las alergias.** La cafeína dilata los bronquios, combatiendo la crisis de asma y otras alergias. La cafeína es una de las principales sustancias de medicamentos para problemas respiratorios.
- **Previene la formación de cálculos.** Ayuda a prevenir la formación de cálculos renales y biliares. Tiene un efecto diurético que por el incremento de la eliminación de orina se desechan minerales que podrían acumularse.

- **Disminuye el riesgo de desarrollar cáncer.** Estudios realizados por control de diferentes casos han relacionado el consumo crónico de café con la reducción del riesgo de cáncer colorrectal y de colon, pero ningún estudio lo ha confirmado. Por otro lado, la cafeína disminuye los síntomas y el riesgo de desarrollar litiasis biliares, pero no se han descrito estos efectos para el café descafeinado, té y las colas. Podría existir un ingrediente en el café que protege frente a la cirrosis, principalmente la de origen alcohólico.

La cafeína presenta efectos supresores sobre células tumorales en metástasis experimentales.

- **Previene las caries.** Ayuda a prevenir la caries, pues evita el crecimiento de bacterias en la boca, siempre y cuando se tome sin azúcar ni leche.
- **Reduce el riesgo de desarrollar diabetes.** La cafeína puede reducir hasta en un 30% el riesgo de desarrollar diabetes, ya que sus componentes disminuyen la concentración del azúcar en la sangre.

6.6. Efectos fisiológicos nocivos de la cafeína

La cafeína figura en las listas GRAS (sustancias generalmente consideradas como carentes de riesgo) y se usa con frecuencia en bebidas refrescantes y en fármacos, aunque sea generalmente considerada como estimulante a dosis bajas. El consumo de una taza de café, que supone la ingestión de 1-2 mg/kg de peso corporal, da una concentración plasmática máxima de 50-10 μM , un consumo excesivo (concentración plasmática $> 50\mu\text{M}$) produce síntomas de cafeinismo (ansiedad, agitación, dificultades de conciliar el sueño, diarrea, tensión muscular, palpitaciones cardiacas). La dosis letal 50 (LD_{50}) para el hombre es de 150-200 mg/kg de peso corporal (concentración en el plasma sanguíneo de $\sim 0,75\text{-}1\text{ mM}$) que equivale al consumo de una sola vez de unas 75 tazas de café fuerte.

A nivel molecular las metilxantinas inhiben la cicloadenosina 3',5'-monofosfato (cAMP; AMP cíclico) fosfodiesterasa, que cataliza la hidrólisis del AMP cíclico. Al AMP cíclico media la acción de numerosas hormonas, por ejemplo, la calcitonina, la adrenalina, el glucagón, la noradrenalina, la vasopresina, la hormona estimulante del tiroides la lipotropina, la paratiroides y la corticotropina. Las concentraciones requeridas para inhibir la fosfodiesterasa son, sin embargo, sustancialmente más altas que las precisas para obtener respuestas neurofisiológicas.

Los efectos de las metilxantinas se pueden atribuir a su participación en el bloqueo e ciertos receptores de membrana para la adenosina. Dado que la adenosina endógena suele ser inhibidora de las reacciones neurológicas, se postula que las metilxantinas ejercen se acción estimulante bloqueando los receptores.

CAPÍTULO 7: LA CAFEÍNA EN PRODUCTOS COMERCIALES

La cafeína se encuentra en diferentes productos comerciales. Existen más de 50 plantas que contienen este principio activo. Las más importantes son:

- El **café** (*Coffea arabica*) que lo contiene en sus semillas.
- El **yoco o huarmiyoco** (*Paullina yoco*) le sigue en proporción. El yoco contiene cafeína en su corteza en una proporción casi tan elevada como el café. La preparación se realiza raspando la corteza y exprimiéndola para extraer su jugo que se mezcla con agua.
- La **Nuez de cola** (*Cola nitida* Vent.) es originaria de África y su droga está constituida por las semillas, desecadas y desprovistas de los tegumentos, de varias especies del género *Cola*, especialmente *Cola nitida* y *Cola acuminata*. *Cola acuminata* es un árbol africano de cuyas semillas se extrae la cafeína. Su proporción es muy similar al café o al yoco, aunque esta se libera más lentamente por lo que tiene un efecto más prolongado aunque menos fuerte. En su composición química destacan bases xánticas como la cafeína y la teobromina.
- El **guaraná** (*Paullinia cupana* HBK) es una especie tropical sudamericana. La droga está constituida por las semillas, desprovistas de tegumento y habitualmente tostadas y pulverizadas. En su composición química destaca

su contenido de bases xánticas, especialmente cafeína, teofilina y teobromina.

- El **huito o jagua** (*Genipa americana*) Es un árbol americano que contiene una cantidad muy elevada de este componente en sus semillas. Aunque este árbol no se usa por sus frutos secos, no se utiliza la cafeína de sus semillas.
- El **mate, la hierba mate o té Paraguayo** (*Ilex paraguarienses*) Las hojas de este arbusto son ricas en cafeína. A partir de ellas, debidamente desecadas y tostadas, se realiza la preparación conocida también como mate.
- El **cacao** (*Theobroma cacao*) Las semillas del árbol del cacao contienen más o menos la mitad de cafeína que las plantas anteriores. Este alimento contiene una serie de componentes entre los que destaca la feniletilamina, un componente que en realidad pertenece a la familia de las anfetaminas. Además el cacao es rico en alcaloides, como la cafeína y la teobromina.

Otras plantas con dosis mucho más pequeñas de cafeína son:

- El **limón** (*Citrus limon*)
- El **pomelo** (*Citrus paradisi*)
- El **naranja** (*Citrus sinensis*)

Estos contienen cafeína en sus flores

- El **té** (*Camellia sinensis Kuntze*), la droga está constituida por las hojas. Sus principales principios activos son bases xánticas, mayoritariamente cafeína, teofilina, teobromina, adenina y xantina.

Contiene cafeína en toda la planta.

CAPÍTULO 8: CARACTERÍSTICAS DE LOS PRODUCTOS COMERCIALES

8.1. CAFÉ

8.1.1. Composición

Los granos de café poseen más de 2.000 sustancias diferentes (cafeína, minerales, lípidos, trigonelinas, aminoácidos - proteínas, ácidos alifáticos, glicósidos y carbohidratos) de tal manera que el café no es «solo cafeína» (1, 3, 7-trimetilxantina), sin embargo es el ingrediente farmacológicamente más activo. Las dimetilxantinas derivadas (teofilina y teobramina) también se encuentran en una variedad de especies de plantas.

El café tiene múltiples componentes. Los granos de **café crudos** tienen una composición diferente entre la variedad Arábica y la Robusta. En la variedad Arábica, la cafeína comprende el 1,2% de la materia seca, 4,2% minerales, de los cuales 1,7% es potasio; 16% lípidos, 1,0% trigonelinas, 11,5% proteínas y aminoácidos, 1,4% ácidos alifáticos, 6,5% despidos (ácidos clorogénicos), 0,2% glucósidos y 58% carbohidratos. En la variedad Robusta, la cafeína comprende el 2,2% de la materia seca, 4,4% minerales, de los cuales 1,8% corresponden al potasio; 10% lípidos, 0,7% trigonelinas, 11,8% proteínas y aminoácidos, 1,4% ácidos alifáticos, 10% ácidos clorogénicos y 59,5% glucósidos trazas y

carbohidratos. El contenido de agua de los granos de café crudo comercial varía entre 8% y 12%.

La composición de los granos de café se altera de forma dramática por el proceso de tostado, y pierde gran cantidad de agua (posee apenas 1% a 5%), proteínas, ácidos clorogénicos y carbohidratos (Tabla 3).

Tabla 3. Composición de los granos de café tostado medio (porcentaje en base seca)

Componente	Variedad Arábica	Variedad Robusta
Cafeína	1,3	2,4
Minerales	4,5	4,7
Lípidos	17,0	11,0
Trigonelinas	1,0	0,7
Proteínas	10,0	10,0
Ácidos alifáticos	2,4	2,5
Ácidos clorogénicos	2,7	3,1
Carbohidratos	38,0	41,5
Aromas volátiles	0,1	0,1
Melanoidinas	23,0	23,0

Ocurren importantes transformaciones químicas y se forman cientos de sustancias volátiles durante el proceso de tostación, como los gases volátiles que conforman el aroma, pigmentos poliméricos y melanoidinas.

Los lípidos son parte importante en la composición del grano de café. El aceite de café se concentra en la endosperma, el resto (0,2% a 0,3%) de cera se encuentra en la capa externa de la semilla. El aceite de café se compone de ácidos grasos, particularmente linoléico (40% a 45%) y palmítico (25% a 35%), proporciones similares a las encontradas en otros vegetales comestibles. Entre los esteroides, 24-metilenecolesterol y avenasterol son más importantes en la variedad Robusta que en la Arábica. La capa externa de cera contiene 5-hidroxitriptamidas, ácidos araquidónico, esteárico, 20-hidroxiaraquidónico, behénico y lignosérico.

La presencia de estas sustancias en el café ha recibido la categoría de «sustancias irritantes», a las cuales algunas personas son más sensibles. El lavado y la utilización de algunos solventes permiten la obtención de gran cantidad de estas sustancias. La composición de la fracción de lípidos en el café crudo se describe en la tabla 4.

Tabla 4. Composición de lípidos en el café crudo.

Componente	Porcentaje
Triglicéridos (ésteres de ácido linoléico y palmítico)	70-80
Ácidos grasos libres	0,5-2,0
Ésteres diterpenos (palmitatos y linoleatos)	15-18,5
Tripertenos, esteroides y ésteres de metilesterol	1,4-3,2
Diterpenos libres (cafestol y kahweol)	0,1-1,2
Fosfolípidos	0,1
Hidrocarburos	tr.
5-hidroxitriptamidas	0,3-1,0
Tocoferoles (α , β , γ -isómeros)	0,3-0,7

Los oligosacáridos y polisacáridos solubles e insolubles constituyen cerca de la mitad de la materia seca del grano tostado, sin mayores diferencias entre las especies. La fracción soluble se compone de sucrosa y polímeros de galactosa, arabinosa y manosa. Los constituyentes insolubles incluyen celulosa y hemicelulosa.

En el café tostado se identifican más de 700 sustancias volátiles, las cuales corresponden a cerca del 0,1% del total de la materia. Las características químicas y el aroma de los constituyentes volátiles del café han sido motivo de importantes estudios; hoy en día se conocen cientos de aromas, que según los expertos superan las del vino.

El café también posee gran cantidad de contaminantes y sus concentraciones dependen de múltiples factores que intervienen en la selección, preparación y tostado del grano. Entre ellos se encuentran las parafinas que se utilizan en el procesamiento de la fibra, hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAH), trazas de nitrosaminas (N-nitrosopirrolidinas- NPYR), aminas heterocíclicas y residuos de pesticidas como organoclorados, organofosforados y micotoxinas.

8.1.2. Características

El café es una bebida que se obtiene de las semillas tostadas de las plantas del café o cafetos (*Coffea spp*). Los cafetos son arbustos de hoja perenne de la familia de las Rubiáceas.



Figura 5. Planta de café o cafetos (*coffea spp*).

Estos producen flores de color blanco que producen frutos de color rojizo. La parte interior del fruto contienen dos semillas o granos de café. Hay algunas especies de cafetos que solo producen una única semilla por fruto, se conocen como "café perlado".

Los granos de café o semillas son la parte del fruto que contiene más cafeína.

8.1.3. Origen

El árbol de café tiene su centro de origen en la lejana Abisinia (en la geografía actual Etiopía), en el Nororiente de África. En el mundo sobresalen por su importancia comercial, la especie de los cafés arábigos y los de los cafés robustas. La primera especie abarca casi las tres cuartas partes de la producción mundial y se cultiva principalmente en Centro y Sur de América. El cafeto es

probablemente originario de la provincia de Kafa, en Etiopía, pero la cuestión no está resuelta completamente.

Los recientes descubrimientos (1996) de un equipo arqueológico británico, aún por confirmar, dejan entrever la posibilidad de que el consumo comenzara a partir del siglo XII, en Arabia.

Después se extendería por el mundo musulmán. Los efectos del café eran tales que fue prohibido en la llamada de imanes ortodoxos y conservadores en La Meca en 1511 y en El Cairo en 1532, pero la popularidad del producto, en particular entre los intelectuales, impulsó a las autoridades a cancelar el decreto. En 1583, Léonard Rauwolf, un médico alemán recién llegado de un viaje de diez años por Oriente Medio, fue el primer occidental en describir el brebaje:

En el siglo XV, los musulmanes introdujeron el café en Persia, Egipto, África Septentrional y Turquía, donde la primera cafetería, Kiva Han, abrió en 1475 en Constantinopla.

El café llegó a Europa alrededor del año 1600, gracias a los mercaderes venecianos. El café fue bien recibido por los monjes por las mismas razones que los imanes: permite mantenerse despierto durante mucho tiempo y mantener el espíritu limpio.

El café cruzó el Atlántico en 1689, con la apertura del primer establecimiento en Boston. La bebida ganó popularidad y obtuvo el rango de bebida nacional. El café alcanzó su completa aceptabilidad social en el siglo XVIII.

Cuando el café alcanzó las colonias estadounidenses, no tuvo inicialmente tanto éxito como había tenido en Europa. Sin embargo, durante la Guerra de la Independencia la demanda de café aumentó. El consumo de café entre los estadounidenses aumentó durante principios del siglo XIX, tras la Guerra de 1812, que había acabado con el acceso a las importaciones de té, y la gran demanda durante la Guerra de la Independencia, así como muchos adelantos en la tecnología para la elaboración de la bebida cimentó la posición del café como un producto diario en Estados Unidos.

8.1.4. Botánica y el café

Existen aproximadamente unas 40 especies de cafetos, pero la bebida del café se obtiene fundamentalmente de tres plantas: El cafeto de Arabia, el cafeto robusta y el cafeto liberica.

- El cafeto de Arabia (*Coffea arabica*) Es un arbusto que crece unos 12 metros de altura en estado natural. Procede de las montañas de Etiopía. Constituye la especie más importante en la actualidad y la que produce un café de mayor calidad.
- Se considera que el café de la especie Arabica de *Coffea* tiene un sabor mucho más rico que *Coffea robusta*.
- El cafeto robusta (*Coffea canephora*) Es un árbol o arbusto de unos 10 metros de altura. Procede de África occidental, aunque se cultiva en

muchas zonas tropicales. Es una especie más fácil de cultivar que la arabica ya que resiste mejor las enfermedades.

- Produce semillas más ovaladas de las que se obtiene un café con un contenido más elevado en cafeína, con un sabor más amargo que el anterior.
- El cafeto liberica (*Coffea liberica*) Es un árbol que puede alcanzarlos 18 m de altura. Procede de Liberia, en el oeste de África, aunque se cultiva principalmente en Indonesia. Produce semillas más grandes que proporcionan poco sabor.

8.1.5. Tipos de café según su Origen

Según el lugar donde se producen tenemos los siguientes tipos de café:

- Cafés americanos:
 - Café colombiano
 - Café del Brasil
 - Café de Costa Rica
 - Café de Guatemala
 - Café de Jamaica
 - Café de Nicaragua
 - Café del Perú
 - Café de México
- Cafés árabes:
 - Café moka
- Cafés africanos:
 - Café de Tanzania
 - Café de Kenia
 - Café de Etiopia
- Cafés de Asia:
 - Café de la India
 - Café de Java
 - Café de Sumatra
 - Café de Célebes
- Café de Hawai

8.1.6. Propiedades fisiológicas

El café es un estimulante del sistema nervioso central por su elevado contenido en cafeína. Las preparaciones con las semillas de café se utilizan como remedio habitual para estimular el organismo. De esta manera, se usa para mantenerse despierto evitando la somnolencia, para estimular la mente y aumentar la energía del organismo.

Numerosos estudios han demostrado que este componente mejora el rendimiento físico y mantiene la mente más despierta especialmente cuando se realiza algún trabajo que requiera concentración mental.

En promedio, una taza de café instantáneo (aproximadamente 150 mL) contiene 60 mg de cafeína, una taza de café filtrado cerca de 80 mg y una de café descafeinado proporciona alrededor de 3 mg.

8.2. TÉ

8.2.1. Composición

El té contiene más de 600 compuestos químicos que actúan todos juntos sobre el sabor, el gusto, el color, los nutrientes y el efecto médico de esta planta.

Las hojas frescas del té contienen entre un 75 a un 78 % de agua. Hacen falta 4 Kg. de hojas frescas para hacer un Kg. de té terminado. Entre los más de 600 componentes, hay alrededor de 500 compuestos orgánicos, representando aproximadamente del 93 al 96,5 % del té seco.

Estas sustancias orgánicas son las siguientes

- Proteínas (20 à 30 %)
- Aminoácidos (1 à 5 %)
- Alcaloides (3 à 5 %)
- Fenoles (20 à 35 %)
- Glúcidos (20 à 25 %)
- Ácidos orgánicos (3 à 5 %)
- Lípidos (4 à 5 %)
- Pigmentos (0,6 à 1 %)
- Sustancias aromáticas (0,005 à 0,03 %)
- Vitaminas (0,6 à 1 %)
- Saponarias (0,07 à 0,1 %)
- Esteroles (0,04 à 0,1 %)

Estas son las sustancias orgánicas que determinan el gusto, el sabor, el color, el alimento y el efecto médico del té. Los alcaloides, aunque no representan más que del 3 al 5 % del té seco, juegan un papel decisivo para el gusto del té.

Agrupan sobre todo la cafeína y en menor proporción la teofilina y la teobromina. A causa de estos compuestos, el té puede excitar el sistema nervioso y por ello, ayuda a permanecer activo.

El té contiene taninos catéquicos y derivados polifenólicos, como los flavonoides kenferol, quercetol y miricetol.

Los fenoles, principalmente la catequina, actúan sobre el gusto del té y producen efectos preventivos y terapéuticos sobre numerosas enfermedades humanas. En cuanto a los aminoácidos, a pesar de su proporción mínima (1 a 5 %), son los responsables del gusto y del sabor fresco del té verde.

Las sustancias aromáticas agrupan de hecho varios centenares de compuestos orgánicos, que actúan por si mismos o todos juntos por interacción, de forma positiva o negativa, sobre el sabor el té. Los glúcidos que representan una gran proporción del te seco y de los que una parte es soluble en agua, pero otra parte mayor, no lo es, juegan un papel activo para la salud humana. Las proteínas a pesar de que representan del 20 al 30 % del té seco, no sirven para gran cosa, ya que la mayoría son insolubles en agua. Pero en revancha, tienen una relación muy estrecha con la calidad del té negro. Por supuesto, hay que destacar el papel indispensable de las vitaminas en la salud humana.

Las sustancias inorgánicas, a pesar de que no representan más que del 3,5 al 7,0 % del té seco, producen una acción no despreciable sobre la capacidad nutritiva, el efecto medicinal y la calidad del té.

Como resultado de un análisis científico de la composición química del té, se obtiene que contiene 27 elementos minerales, además del carbono, hidrógeno, oxígeno y nitrógeno. Son el fósforo, el potasio, el magnesio, el manganeso, el flúor, el aluminio, el calcio, el sodio, el azufre, el hierro, el arsénico, el cobre, el níquel, el silicio, el cinc, el boro, el molibdeno, el plomo, el cadmio, el cobalto, el selenio, el bromo, el yodo, el cromo, el titanio, el cesio y el vanadio. El contenido en flúor, potasio, aluminio, yodo, selenio, níquel, arsénico y manganeso del té, es superior al nivel medio de otras plantas. Los elementos minerales producen una acción reguladora sobre el organismo. Como el té es rico en estos elementos, es suficiente con beber algunas tazas por día para responder a las necesidades del cuerpo humano.

Se considera que el té con mayor cantidad de principios activos altamente benéficos para la salud humana es el té verde.

8.2.2. Características

El **té** es una infusión de las hojas y brotes de la planta del té (*Camellia sinensis*) o (*Thea sinensis*). La palabra té es de etimología china[[] (chino: 茶, pinyin: *chá*), que tiene varias pronunciaciones según el dialecto chino utilizado. De ellas, dos se exportaron a otros países: "cha" y "te". Algunas lenguas tomaron la forma "te", como el español o el inglés, y otras tomaron la forma "cha", como el árabe *شاي* "shay" el portugués, el japonés, "чай"[chay]ruso .

Europeos, el té llegó a todo el mundo, tanto para su cultivo como para su consumo.

En Inglaterra llegó a todas las clases sociales, pobres y ricos lo bebían. Incluso se dice que reemplazó a la ginebra (muy requerida por las clases bajas inglesas). En Chile, el consumo del té es igual de popular que en Inglaterra, y es actualmente el mayor consumidor per capita de América Latina.

Hoy, tomar té es una de las características del Reino Unido. Aunque en China se tomaba el té desde mucho antes, hoy en día es tomado por más gente que en cualquier otro país del mundo.

8.2.4. Botánica y el té

Todas las variedades de té derivan de dos: la que procede de la especie china *Camellia sinensis sinensis* y la variedad que procede del estado hindú de Assam, *Camellia sinensis assamica*. A partir de ellas se produce el té negro y el té verde.

8.2.5. Tipos de té

El té proviene principalmente de la China continental, India, Sri Lanka, Taiwán, Japón, Nepal, Australia y Kenia.

Los cuatro tipos principales de té se distinguen según su procesamiento. *Camellia sinensis* es un arbusto cuyas hojas, si no son secadas apenas se recolectan, comienzan a oxidarse. Para prevenir este proceso de oxidación, se calientan las hojas con el objetivo de quitar su humedad.

- **Té blanco** - hojas jóvenes (brotes nuevos del arbusto) que no se han oxidado; los brotes pueden haber sido protegidos del sol para evitar la formación de clorofila.
- **Té verde** - sin oxidación. Un favorito en Asia, es así denominado porque las hojas se secan y son fragmentadas rápidamente después de ser recogidas. El té hecho de estas hojas es templado y más fresco en el sabor que otros tipos de té. A causa de esto, el té verde generalmente no se sirve con leche ni azúcar. Algunos tipos de té verde son Gunpowder, Sencha, y Gyokuro, que es un té japonés también conocido como *té de rocío de perla*.
- **Kukicha o Té de invierno** - Hojas viejas tostadas sobre fuego. Popular como alimento macrobiótico en Japón.
- **Oolong (烏龍茶) -(Pequeño Dragón Negro)**, también llamado té azul, con un grado de oxidación media. El té del té oolong tiene características de los té negros y de los té verdes. Sus hojas son fermentadas cerca de la mitad del tiempo del empleado en el té negro. Mucha de la producción del mundo del té es de té oolong y proviene de la provincia de Fukien de China, donde se originó. El té de Formosa, denominado así por el nombre

anterior de Taiwán, es considerado por muchos el tipo más fino de té oolong.

- **Té negro** - oxidación sustancial. Realmente un té marrón, rojizo y oscuro cuando se hace, el té negro totalmente condimentado es popular en naciones occidentales. Es té muy procesado y más fuerte condimentado. Después de que las hojas se escogen, se fermentan en el sol abierto siendo secado antes. El tamaño de las hojas de té determina la graduación de té negro. Las variedades negras comunes del té incluyen Ceilán, Assam y Darjeeling, considerado por muchos el té negro más fino.
- **Pu-erh** (普洱茶), también llamado **té rojo** - es una subclase del té negro de color rojizo, un producto inusual dado que suelen estacionarse por un período de hasta 50 años. Es considerado un producto medicinal en China.
- **Chong Cha** (虫茶) - literalmente "**té gusano**", se prepara con las semillas en lugar de las hojas. Usado como producto medicinal en China.

8.2.6. Propiedades fisiológicas

Las hojas del árbol del té contienen numerosos compuestos tales como polisacáridos, aceites esenciales, alcaloides (teobromina y cafeína) y polifenoles.

Estos compuestos tienen propiedades antioxidantes y estimulantes, si bien su eficacia disminuye a medida que el té es más oscuro, siendo el té verde el más saludable.

También contiene un aminoácido, la L-teanina (γ -glutamiletanina), que contiene propiedades relajantes. Este aminoácido es capaz de mejorar la atención, la memoria y la capacidad intelectual.

Los flavonoides del té tienen propiedades antiinflamatorias, antialérgicas, antibacterianas y fortalecen las venas. Los taninos tienen también propiedades asépticas y antioxidantes, siendo los más abundantes la galocatequina y la apicatequina.

El té posee efectos beneficiosos ya que es astringente, antimigraña, diurético, protege el hígado, disminuye la hipercolesterolemia, tonifica el corazón, protege contra el infarto de miocardio y es anticancerígeno.

Aunque el té contiene menos cafeína que el café o las bebidas de cola, su consumo en exceso puede provocar insomnio.

8.3. MATE

8.3.1. Composición

El mate contiene xantinas, que son alcaloides como son la cafeína, teofilina, y teobromina. El contenido de cafeína varía entre 0,2% a 2% de peso seco (comparado con el 0,3–9% para las hojas de té, 2,5–7,5% en guaraná, y más de 3,2% para café).

Sin embargo, la cafeína no es quiral, y no tiene estereoisómeros, y la "mateína" es un sinónimo oficial de la cafeína.

8.3.2. Características

La expresión "mate", nace del vocablo quechua "matí", que significa calabaza (el recipiente para beber mate suele ser hecho de calabaza). El mismo se tomaba a través de una cañita denominada "tacuarí", en cuyo extremo se colocaba una semilla ahuecada que hacía las veces de filtro.

También se lo ha llamado "té del Paraguay" u "oro verde".^[1]

Por extensión, los conquistadores denominaron de esta manera a la infusión elaborada a partir de la yerba (*Ilex paraguayensis*).



Figura 7. Planta del mate (*Ilex paraguayensis*).

La **yerba mate** (*Ilex paraguayensis* o *Ilex paraguariensis* A.St.-Hil.), comúnmente denominada yerba (en guaraní: *ka'a*), es una planta arbustiva o arbórea neotropical originaria de las cuencas de los ríos Paraná y Paraguay.

La especie *Ilex paraguariensis* es un árbol perennifolio, de hasta 15 m de altura en estado salvaje. Tiene un fuste recto y cilíndrico, de hasta 3 dm de diámetro, recubierto de una fina corteza pardogrisácea acanalada. Las ramas brotan del árbol en ángulo recto, dando lugar a una copa apicada. La raíz es pivotante.

Las hojas son alternas, obovadas, con el margen dentado y el ápice obtuso, de unos 11 cm de largo y 5 de ancho, coriáceas; no presentan nunca pelos ni estomas por el haz, de color verde oscuro, y estomas pequeños en el envés. Las nervaduras primarias y secundarias son de color amarillento y muy marcadas.^[4] Perduran unos tres años en la planta.

8.3.3. Origen

Conocido como **Té de los jesuitas** o **Té Paraguayo**. La yerba fue consumida desde tiempo inmemorial por los pueblos guaraníes y guaycurúes, que recogían las hojas de *ka'a* en la selva, donde crecía en forma silvestre. Inicialmente las mascaban, luego las prepararon en infusión.

Iniciado el período de dominación hispano-portuguesa en América del Sur, la costumbre de beber la infusión fue extendiéndose. Hacia fines del siglo XVI y comienzos del XVII, los españoles consideraron al mate como un vicio peligroso.

Finalmente, el cultivo fue autorizado a los jesuitas, que lo monopolizaron hasta que fueron expulsados en 1767. Los jesuitas lograron domesticar la planta, mediante técnicas de secado de la semilla, lo que permitió extender las plantaciones al punto que la venta de yerba mate se convirtió en la principal fuente de ingresos de las "reducciones". Hacia 1720 el consumo se había generalizado también en el actual estado de São Paulo (Brasil).

Hoy en día la zafra de la hoja en los yerbatales, continúa ligada a los regímenes de mensú sobre las comunidades guaraníes. Pero es en Argentina, donde los que cosechan la yerba mate, llamados "tareferos" (gringos, criollos e indígenas), se sienten identificados con la tarea de la cosecha.

8.3.4. Tipos de mate

Se conoce con la denominación de **yerba mate** o **yerba** exclusivamente al producto formado por las hojas desecadas, ligeramente tostadas y desmenuzadas, de *Ilex paraguayensis*, mezcladas o no con fragmentos de ramas secas jóvenes, pecíolos y pedúnculos florales, sin perjuicio de autorizar la inclusión de otras especies de igual género tan pronto como se disponga de estudios que avalen su inocuidad y sean aprobados por la Autoridad Sanitaria Nacional.

También se consideran otras denominaciones:

- **Yerba mate canchada:** es la yerba secada y triturada de manera gruesa.
- **Yerba mate elaborada:** es la yerba canchada que ha sido sometida a procesos de zarandeo, trituración y molienda, tal que se ajuste a las siguientes clasificaciones:
- **Yerba mate elaborada con palo:** es la yerba que contiene no menos del 65 % de hojas desecadas, rotas o pulverizadas y no más del 35% de palo grosera y finamente triturada, astillas y fibras del mismo. Con el fin de determinar la cantidad total de palo, se utilizarán los tamices de abertura de 1 x 20 mm y n.º 40 (cuarenta mallas por pulgada). La fracción retenida

sobre el tamiz de 1 x 20 mm será considerada palo y no deberá ser inferior al 12,5% en peso de la muestra analizada. La fracción que pasa por el tamiz n.º 40 será considerada hoja. Con una alícuota de la fracción retenida en el tamiz N° 40 proveniente de sucesivos cuarteos, se procederá a extraer con pinza las astillas y cáscaras de palo presentes con lo que se cuantificará la cantidad de palo en dicha fracción. Este porcentaje, más el retenido en el tamiz de 1 x 20 mm conformará el porcentaje total de palo de la muestra analizada. El cien por ciento de la muestra analizada deberá pasar por un tamiz cuya abertura sea de 5 x 70 mm.

- **Yerba mate elaborada despallada** (o despallada): es la yerba que contiene no menos del 90% de hojas desecadas, rotas o pulverizadas y no más del 10% de palo grosera o finamente triturado, astillas y fibras del mismo.
- **Caaminí** (*kaá*: hierba; *miní*: pequeño/a): Es la variedad de yerba mate caracterizada por estar muy finamente molida (de allí "miní" por estar las hojas reducidas a fragmentos diminutos) y prácticamente desprovista de palo.
- **Yerba mate tostada**: es la yerba mate elaborada sometida posteriormente a un proceso de tostación.
- **Yerba soluble, mate instantáneo, extracto de mate en polvo, o concentrado de mate**: es el producto en polvo resultante de la deshidratación de los extractos acuosos obtenidos exclusivamente de la yerba mate.

8.3.5. *Propiedades fisiológicas*

Los estudios sobre el mate, aunque muy limitados, han mostrado evidencia preliminar de que por las xantinas que contiene, la infusión de yerba mate es una fuente natural de energía que estimula el esfuerzo intelectual y físico.

Las xantinas (cafeína, teobromina) son compuestos que estimulan el Sistema Nervioso Central (SNC). Dicha estimulación se traduce en excitación, dominando y regulando el esfuerzo intelectual y muscular, por lo que es ideal para personas que realizan deportes u tanto actividades físicas como mentales. Las tres xantinas presentes en el mate han mostrado tener efecto relajante en los tejidos musculares lisos, y efectos estimulantes miocárdicos.

El mate es una bebida saludable porque contiene polifenoles que funcionan como antioxidantes. La infusión de yerba mate se reveló como un antioxidante más potente que el ácido ascórbico (vitamina C), con propiedades similares al vino tinto en su rol de fuerte antioxidante y de inhibidor en la oxidación de lipoproteínas de baja densidad.

Detienen el envejecimiento celular: Estos compuestos aumentan las defensas naturales del organismo, al prevenir los ataques celulares diarios que causan el deterioro del cuerpo.

Previenen el crecimiento de células cancerígenas: Al combatir el envejecimiento celular, los antioxidantes también ayudan a prevenir ciertos tipos de cáncer.

Disminuyen el riesgo de enfermedades cardiovasculares: Además, los antioxidantes previenen las enfermedades coronarias y cerebrovasculares porque evitan la arterosclerosis.

Por su acción antihipercolesterolemica, las saponinas presentes en la infusión de yerba mate reducen la cantidad de lipoproteínas de baja densidad en la sangre. Gracias a que estos compuestos interactúan con el colesterol y los ácidos biliares, se conforman miscelas mixtas que provocan la eliminación del colesterol al dificultar su absorción en el tracto gastrointestinal.

El abuso de la yerba mate en cualquiera de sus formas es causa frecuente de disrupción hormonal (sobre todo en mujeres), alteración cardiovascular (taquicardia, arritmia), alteración nerviosa (insomnio, excitación e incluso delirio) y digestiva (gastritis crónica, esofagitis, duodenitis, reflujo gastroesofágico, colitis crónica, etc.).

8.4. CACAO

8.4.1. Composición

Los elementos fitoquímicos (no nutritivos) que destacan en el cacao son la teobromina, cafeína y teofilina.

En la masa del cacao, la teobromina se manifiesta en grandes concentraciones (1,89% - 2,69 %) mientras que la cafeína aparece en un menor grado (0,16% - 0,31%). La teobromina tiene un poder estimulante mucho menor aún siendo de la misma familia que la cafeína.

Además contiene una serie de componentes entre los que destaca la feniletilamina, un componente que en realidad pertenece a la familia de las anfetaminas y otras sustancias como anandamida, serotonina y tiramina.

El cacao es rico en flavonoides (polifenoles) antioxidantes que contribuyen a contrarrestar la oxidación que convierte el colesterol bueno (HDL) en colesterol malo (LDL). Se cree que esta transformación es la causante de enfermedades del corazón y en los vasos sanguíneos, por eso, los polifenoles han sido relacionados con la prevención de los trastornos cardiovasculares. También protegen al organismo de sustancias que pueden dañar el sistema inmunológico con la estimulación de las defensas del organismo.

Determinados polifenoles del cacao pueden neutralizar los radicales libres que afectan al ADN de las células del cuerpo. Asimismo, pueden neutralizar otros radicales libres que provocan cáncer. El polifenol del cacao (epicatequina) también puede tener efectos inhibitorios en el desarrollo de determinados cánceres.

La cantidad y tipo de polifenoles que contiene el chocolate depende de la planta de la que procede y del método utilizado en su elaboración.

Los granos de cacao contienen una gran cantidad de vitaminas como la tiamina (B1) y el ácido fólico y minerales como el calcio, fósforo, magnesio, hierro y zinc.

Son ricos en grasas e hidratos de carbono, nutrientes que aportan energía al organismo. Las grasas proceden de la manteca de cacao, que contiene una gran proporción de ácido esteárico. Los granos de cacao contienen niveles muy bajos de azúcar (0,8% - 1,73%), la masa de cacao contiene alrededor del 15% de fibra dietética soluble e insoluble y un escaso número de proteínas digeribles.

8.4.2. Características

Theobroma cacao L. es el nombre científico que recibe el *árbol del cacao* o *cacaotero*. *Theobroma* significa en griego «alimento de los dioses»; *cacao* deriva del nahua «cacáhua». Este nombre científico lleva añadida al final una abreviatura botánica convencional, en este caso *L.*, que es la inicial del apellido del naturalista sueco que clasificó la planta, C. Linneo.

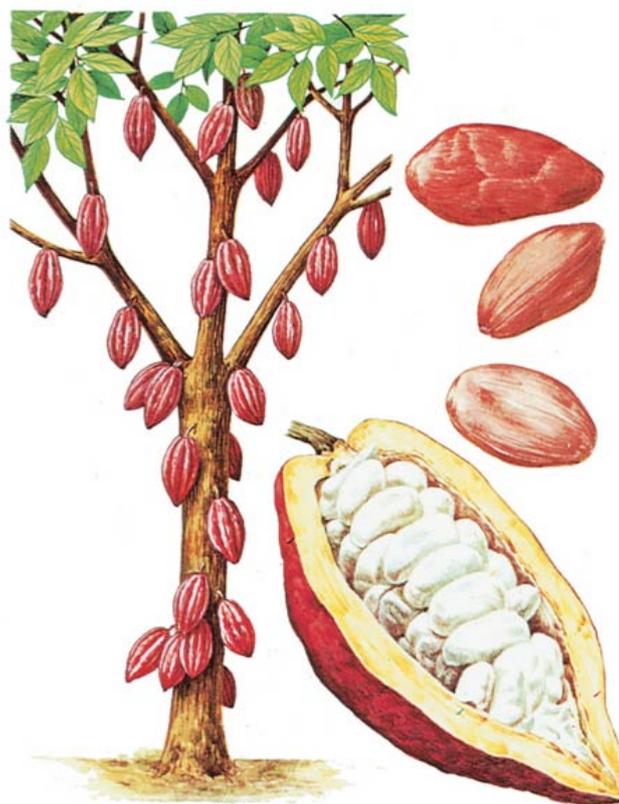


Figura 8. Árbol de cacao (*Theobroma cacao* L. de la familia Sterculiaceae)

El árbol de cacao, (*Theobroma cacao* L. de la familia *Sterculiaceae*) es normalmente un árbol pequeño, entre 4 y 8 metros de alto, aunque si recibe sombra de árboles grandes, puede alcanzar hasta los 10 metros de alto.

El tallo es recto, la madera de color claro, casi blanco, y la corteza es delgada, de color café. El fruto (la nuez de cacao) puede alcanzar una longitud de 15-25

centímetros. Cada fruto contiene entre 30 y 40 semillas, que una vez secas y fermentadas se convierten en cacao en grano. Las semillas son de color marrón-rojizo en el exterior y están cubiertas de una pulpa blanca y dulce.

El árbol de cacao es una planta tropical que crece en climas cálidos y húmedos, concentrándose su producción en una banda estrecha de no más de 20 grados al norte y al sur de la Línea Ecuatorial. Para obtener una producción ideal, los árboles de cacao necesitan una precipitación anual entre 1150 y 2500 mm y temperaturas entre 21 °C y 32 °C.

8.4.3. Botánica y el cacao

Existen tres variedades de árboles de cacao, la variedad Forastero, el segundo grupo es el Criollo y el tercero es la variedad Trinitario:

- El **forastero**: es la variedad más conocida originaria de la alta Amazonia. Se trata de un cacao normal, con el tanino más elevado. Es el más cultivado y proviene normalmente de África del oeste y Brasil. El grano tiene una cáscara gruesa, es resistente y poco aromático. Para neutralizar sus imperfecciones, requiere un intenso tueste, de donde proceden el sabor y el aroma a quemado de la mayoría de los chocolates. Los mejores productores usan granos forastero en sus mezclas, para dar cuerpo y amplitud al chocolate, pero la acidez, el equilibrio y la complejidad de los mejores chocolates proviene de la variedad criolla.
- El **criollo o nativo**: es el cacao genuino y fue bautizado así por los españoles al llegar a México. Se cultiva en América en Perú, Venezuela (fundamentalmente en Chuao), Honduras, Colombia, Ecuador, Nicaragua, Guatemala, Trinidad, Bolivia, Jamaica, México, Granada; y en el Caribe, en la zona del océano Índico y en Indonesia. Es un cacao reconocido como de gran calidad que produce "cacao fino y de aroma", de escaso contenido en tanino, reservado para la fabricación de los chocolates más finos. El árbol es frágil y de escaso rendimiento.
- El **trinitario**: destaca entre los híbridos, es un cruce entre el criollo y el forastero, aunque su calidad es más próxima al del segundo. Como su nombre sugiere, es originario de Trinidad donde, después de un terrible huracán que en 1727 destruyó prácticamente todas las plantaciones de la Isla, surgió como resultado de un proceso de cruce. De este modo, heredó la robustez del cacao forastero y el delicado sabor del cacao criollo, y se usa también normalmente mezclado con otras variedades.

8.4.4. Origen

Se cree que el árbol de cacao es originario de la Amazonía, y que más tarde se extendió a América Central, en especial México. Las culturas nativas de esta región, por ejemplo los Olmec y los Mayas, ya lo conocían y lo utilizaban, y lo consideraban como "el alimento de los dioses". En particular, los granos de cacao eran utilizados como moneda por los Aztecas quienes también lo disfrutaban como bebida.

Cristóbal Colón descubrió el cacao en América, pero el cacao en grano no fue bien acogido en aquel momento en Europa. Unos 20 años más tarde, Hernán Cortés descubrió la bebida amarga consumida por los Aztecas y envió los granos de cacao y la receta al Rey Carlos V. Los españoles cambiaron la receta, añadiendo azúcar y calentando los ingredientes para mejorar el sabor.

En 1828 se inventó la prensa para cacao que permitió la extracción de la manteca de cacao. Más tarde (alrededor de 1879), los suizos desarrollaron el chocolate con leche y el chocolate sólido.

8.4.5. Propiedades fisiológicas

También es rico en flavonoides (polifenoles) antioxidantes que contribuyen a contrarrestar la oxidación que convierte el colesterol bueno (HDL) en colesterol malo (LDL). Se cree que esta transformación es la causante de enfermedades del corazón y en los vasos sanguíneos por eso, los polifenoles han sido relacionados con la prevención de los trastornos cardiovasculares. También protegen al organismo de sustancias que pueden dañar el sistema inmunológico con la estimulación de las defensas del organismo.

Determinados polifenoles del cacao pueden neutralizar los radicales libres que afectan al ADN de las células del cuerpo. Asimismo, pueden neutralizar otros radicales libres que provocan cáncer. El polifenol del cacao (epicatequina) también puede tener efectos inhibitorios en el desarrollo de determinados cánceres.

8.5. CHOCOLATE

8.5.1. Composición

El chocolate es un alimento que contiene teobromina, cafeína y teofilina, alcaloides pertenecientes al grupo de las purinas. Además contiene una serie de componentes entre los que destaca la feniletilamina, un componente que en realidad pertenece a la familia de las anfetaminas y otras sustancias como anandamida, serotonina y tiramina.

El chocolate de cacao, contiene flavonoides (polifenoles), antioxidantes que ejercen la función de inhibición de oxidaciones por radicales libres. La cantidad y tipo de polifenoles que contiene el chocolate depende de la planta de la que procede y del método utilizado en su elaboración.

8.5.2. Características

El chocolate es un alimento realizado a partir de las semillas del árbol del cacao.



Figura 9. *Árbol de cacao (Theobroma cacao L. de la familia Sterculiaceae)*

Este alimento se confecciona con pasta de cacao o manteca de cacao, ambos pueden combinarse mutuamente o utilizarse aisladamente.

La pasta de cacao es la materia sólida que se obtiene al moler la semilla tostada, sin cáscara ni germen (previamente extraídos) y sin la manteca.



Figura 10. Pasta de cacao

La manteca de cacao es la materia grasa obtenida a partir de las habas de cacao o sus fragmentos.



Figura 11. Manteca de cacao

Además de estos ingredientes esenciales, contienen otros ingredientes importantes como el azúcar, la leche y los posibles aditivos alimentarios como la vainilla o la lecitina de soja, para controlar el aroma, el sabor y la textura.

Entre los principales aditivos que pueden utilizarse en la elaboración del chocolate tenemos:

- El carbonato cálcico, carbonato potásico, ácido cítrico entre otros para controlar el grado de acidez.
- La lecitina, monoesterato de sorbitan, entre otros para ejercer de emulsionantes o fraccionadores de la grasa.
- La carragenina, goma de algarrobo, celulosa, etc. como estabilizantes.
- La vainilla como aromatizante.
- Talco, silicato cálcico, etc. como aglutinantes
- Manitol, sorbitol, aspartato, sacarina entre otros como edulcorantes.

8.5.3. Origen

El cacao da origen a uno de los productos más deliciosos del mundo: el chocolate.

La vaina del cacao fue primero utilizada para la creación de una bebida, en la época de los mayas, en México, alrededor del año 600. Hay documentos más precisos que informan de la predilección de los aztecas por el cacao. Preparaban un brebaje amargo y concentrado llamado "techocolat" reservado al emperador, a los nobles y a los guerreros.

En el año 1519, Hernán Cortés desembarcó con sus tropas en el país de Montezuma, emperador de los aztecas. Así es que Cortés y sus soldados fueron recibidos como dioses y agraciados con "techocolat".

Igualmente, los españoles tomaron la costumbre de consumir la bebida chocolateada que se convirtió en un verdadero deleite; el día que se les ocurrió agregarle azúcar. Religiosas instaladas en México mejoraron la receta incorporándole vainilla, canela y anís.

El chocolate parte entonces, a conquistar Europa. En 1528, Cortés vuelve a España con un cargamento de cacao, además de las recetas y los utensilios necesarios para su preparación.

Las vainas del cacao eran fermentadas, secadas al sol, tostadas y presadas entre dos piedras calientes hasta obtener una pasta aromática moldeada en forma de barras o panes luego se les agregaba agua, azúcar o miel y especias a elección.

En 1615 fue introducido oficialmente en Francia. El chocolate luego hizo su aparición, casi simultáneamente en todos los países. En Italia los "cioccolatieri" lo introdujeron en 1606. En Alemania apareció en 1646, allí estaba grabado con muchos impuestos y se hacía difícil su consumo. Los ingleses lo descubrieron en 1657, abriéndose salones de degustación, entre ellos el "Cacao Tree" y el "White's". En 1697 un ciudadano suizo degustó el chocolate en Bélgica y lo llevó a su país en 1711. El dulce brebaje también llegó a Austria por medio del emperador Carlos VI. El cacao llegó a Suecia en 1737. El naturalista Charles Linné le da nombre en latín de "Theobroma" que significa alimento de los dioses, en homenaje, tal vez a Quetzalcoatl.

En 1819, en París, Pelletier instala la primera fábrica que se sirve del vapor. En ese año Fransi Louis Cailler funda en Vevey, Suiza, la primera chocolatería de ese país y en 1831 es imitado por Ammédée Kohler, quien se establece en Lausanne.

En 1828, el holandés Conrad Van Houten inventó una presa que le permitió extraer la materia grasa (la manteca de cacao) quedando el polvo de cacao que conocemos hoy como cacao amargo.

Desde sus comienzos, la industria del chocolate Suizo mantuvo su calidad. Esto, sumado a la industrialización, hizo posible que llegara a todos los estratos, de la población en el mundo entero, por lo que no es de extrañar que la industria suiza pasara a producir 600.000 kg al año en 1890 a 17.000.000 en vísperas de la primera guerra mundial.

8.5.4. Tipos de chocolate según sus componentes

Según la proporción de los componentes tenemos las siguientes clases de chocolate:



Figura 12. Chocolates

- **Chocolate negro:** Resulta de la combinación de la pasta de cacao con la manteca de cacao o de la utilización exclusiva de la pasta de cacao con azúcar. Existen diferentes combinaciones:
 - Chocolate al 50%: Contiene un 50% de pasta de cacao y un 50% de azúcar (tiene sabor a café).
 - Chocolate al 70%: Contiene un 70% de pasta de cacao y un 30% de azúcar (desaparece el gusto a café y tiene un sabor ácido).
 - Chocolate al 85%: Contiene un 85% de pasta de cacao y un 15% de azúcar (tiene un sabor muy ácido y áspero).
- **Chocolate blanco:** Resulta de la utilización exclusiva de manteca de cacao combinada con azúcar en polvo y leche. No utiliza la pasta de cacao en su fabricación.
- **Chocolate con leche:** Contiene un 35% de pasta de cacao combinado con leche en polvo o leche condensada, azúcar y vainilla.
- **Chocolate de frutas:** Se elabora con un 25% de pasta de cacao, leche, azúcar y frutas o mermelada.
- **Chocolate sin azúcar:** Se elabora con pasta de cacao y edulcorantes como la fructosa o el sorbitol.
- **Chocolate en polvo:** Es un polvo de chocolate que se obtiene al extraer la grasa que contiene prensando la pasta de cacao. Contiene un 30% de cacao, azúcar y edulcorantes.
- **Chocolate de cobertura:** Es muy rico en manteca de cacao y contiene alrededor de un 32% de cacao.
- **Chocolate deshecho:** Es el conocido como chocolate a la taza. Se elabora a partir de la pasta de cacao y algún espesante como la harina de maíz, harina de arroz o de trigo.

8.5.5. Propiedades fisiológicas

El chocolate contiene teobromina, cafeína y teofilina, alcaloides que actúan como estimulantes del sistema nervioso central. La teobromina actúa como vasodilatador y estimulante del músculo cardíaco, lo que beneficia al consumidor.

Además contiene otras sustancias (neurotransmisores) que actúan sobre el sistema nervioso: anandamida, serotonina y tiramina, que tienen un efecto antidepresivo leve y contribuyen a mejorar el estado de ánimo y a producir una sensación de bienestar en el individuo.

El chocolate produce sensación de bienestar porque contiene una serie de componentes euforizantes y estimulantes entre los que destaca la feniletilamina.

La feniletilamina (familia de las anfetaminas) actúa en el cerebro desencadenando un estado de euforia y bienestar emocional. Es por ello que las personas acostumbradas a comer chocolate sienten la necesidad de ingerir este alimento en aquellos momentos en los que no se encuentran bien, tristes, deprimidas o emocionalmente afligidos.

No hay estudios que confirmen que el chocolate posea efectos fisiológicos que provoquen un consumo compulsivo o adictivo. El deseo de su consumo radica en la sensación placentera que producen los mecanismos de liberación de endorfinas.

También contiene flavonoides (polifenoles), antioxidantes beneficiosos para la salud por la función que ejercen de: inhibición de oxidaciones por radicales libres, prevención del desarrollo de procesos cancerígenos, prevenir la degeneración de las células del organismo que es responsable de enfermedades, inhibición la oxidación del colesterol, etc.

El estudio químico de semillas de cacao revela la existencia de más de 30 componentes con propiedades antioxidantes entre los que se encuentran flavonoides como: la quercetina, quercitrina, epicatequinas o rutina. La cantidad y tipo de flavonoides (polifenoles) que contiene el chocolate depende de la planta de la que procede y del método utilizado en su elaboración.

Los flavonoides (polifenoles) del chocolate son asimilables por el organismo, dada su biodisponibilidad. Estudios realizados por diferentes investigadores aportan evidencias a favor de las propiedades saludables del cacao. En personas sin enfermedad cardiovascular, mejora la función endotelial de las arterias (las hace más flexibles); dichos efectos se mantienen durante por lo menos tres horas luego del consumo.

La adición de leche al chocolate disminuye la concentración de estos principios y lo vuelve menos antioxidante. Las proteínas de la leche se fijan a los antioxidantes y dificultan la absorción de los mismos. Por tanto, el chocolate puro es el que contiene más propiedades antioxidantes y del que se obtiene mayores beneficios.

8.6. GUARANÁ

8.6.1. Composición

La composición química de la planta del guaraná se caracteriza por la presencia de alcaloides del tipo metilxantinas tales como la cafeína (a veces llamada "guaranina"), teofilina y teobromina, así como de terpenos, flavonoides y amidos.

También contiene taninos catéquicos, saponinas triterpénicas, cianolípidos y aceite esencial (metilbencenos, monoterpenos y sesquiterpenos cíclicos, metoxifenilpropenos, derivados alquifenoles, estragol y anetol).

Las semillas de guaraná son ricas en cafeína, pueden contener un 6,2% y hasta un 8%; porcentaje significativamente mas elevado (del orden de unas 4 veces) que las del café, 30 veces mas elevado que el cacao y 10 veces mas que el té *yerba* u otras bebidas populares estimulantes.

La semilla de guaraná contiene elevadas concentraciones de cafeína, de un 6 a un 8% y de taninos, y en menores cantidades teofilina y teobromina.

Algunas de las sustancias químicas encontradas en el guaraná, en especial el colorante y los alcaloides. Asimismo, se ha analizado la composición de las cenizas, destacando su riqueza en minerales como titanio y fósforo, determinándose también los valores de lípidos, ácido tánico y nitrógeno total.

Con respecto a la absorción, los alcaloides de guaraná y la cafeína químicamente pura son idénticos y, también coinciden en el aspecto, punto de fusión y fluorescencia.

8.6.2. Características

El **guaraná** es una bebida estimulante gaseosa, elaborada a base del extracto de la semilla de guaraná (*Paullinia cupana*) tostada y molida. Es rica en cafeína y se consume en Brasil y otros países como refrescante y tónico.



Figura 13. Planta del guaraná (*Paullinia cupana*)

Los frutos tienen cáscara amarilla, roja o anaranjada y cuando maduran deja ver la pulpa blanca y sus semillas, de manera que parecen ojos. Las semillas contienen una sustancia idéntica a la cafeína a veces llamada *guaranina*, otros estimulantes y vitaminas A, B y E.

El fruto de guaraná es esférico, negruzco y brillante, asumiendo una forma de cápsula dehiscente de 1 a 3 valvas, en cuyo interior hay sólo una semilla. Una vez alcanzada la madurez completa, se abre parcialmente dejando al descubierto las semillas.

8.6.3. Origen

Los nativos americanos ya conocían esta bebida antes de la llegada de los europeos. Ellos machacaban las semillas y las mezclaban con agua. Luego, formaban varas y las dejaban secar hasta que quedaban duras y, finalmente, las rellenaban con el hueso del paladar del pez pirarucú. El polvo que quedaba se disolvía en agua o jugo de frutas.

El guaraná juega un importante rol en la cultura de los tupí guaraní brasileños. El nombre *guaraná* es un derivado de la palabra "*wara'ná*" que en tupí-guaraní

significa "fruta como los ojos de las personas". Estas tribus creen que la fruta es mágica para la cura de enfermedades del intestino y un modo de recuperar la fuerza.

En la región próxima al municipio de Maués, donde es cultivada, los indios de la nación saterê-mawé tienen leyendas sobre el origen de la planta.

En el Brasil es cultivado en el estado de Amazonas y Bahía.

Brasil produce diferentes tipos de gaseosas con extractos de guaraná que no contienen cafeína agregada. Cada una se diferencia enormemente en su sabor; algunos con un pequeño sabor natural a fruta de guaraná. En Brasil, las ventas de bebidas de guaraná son mayores incluso que las gaseosas de cola. Son por lo general gaseosas y dulces, con un gusto muy frutal. La mayoría de las bebidas de guaraná son producidas en el Brasil y consumidas ahí o en países cercanos. Paraguay también cuenta con una gran variedad de marcas nacionales de muy buena calidad.

8.6.4. Propiedades fisiológicas

Los nativos reconocían el valor medicinal de esta bebida y la usaban también para combatir el cansancio. Aún hoy hay quien sostiene su valor para tratar la arteriosclerosis, la diarrea, la disentería, la migraña y la neuralgia.

Durante mucho tiempo se utilizó de modo empírico en medicina; se le atribuyen propiedades como antitérmicas, antineurálgico, antidiarreicas, estimulante poderoso, analgésico comparable a la aspirina y antigripal.

Las xantinas metiladas presentes en el guaraná son estimulantes del sistema nervioso central, presentando la cafeína la acción más potente. Los extractos jugosos del guaraná son estimulantes del sistema nervioso central por su contenido cafeínico.

La cafeína actúa uniéndose a los receptores adenosínicos, aumentando el estado de alerta en el individuo, promoviendo así una mejora en la asociación de las ideas y de las actividades intelectuales, mayor resistencia al cansancio y una sensación de bienestar. Sin embargo, las metilxantinas no son los únicos compuestos responsables de las propiedades terapéuticas del guaraná. La mayoría de las propiedades terapéuticas del guaraná, tal como la capacidad antioxidante, se atribuyen a elevadas concentraciones de compuestos fenólicos (los taninos entre otros) y la capacidad antiinflamatoria a la presencia de saponinas.

Diferentes estudios muestran beneficios en las funciones cognitivas, en la pérdida de peso en promedio de de 5 kg en un grupo que bebió una mezcla de yerba mate, guaraná y damiana; en la disminución del 37% en la formación de tromboxano desde el ácido araquidónico llegando a la conclusión de que es significativa para reducir los ataques de corazón; un incremento en la retención de memoria y un mejor rendimiento físico; propiedades antioxidantes, antisépticas y reductoras de las células grasas (cuando se lo combina con Ácido linoléico conjugado).

Aunque tiene numerosos efectos beneficiosos existen efectos colaterales que son raros en el guaraná y se advierte no mezclar el guaraná con la efedrina.

8.7. BEBIDAS COLA

8.7.1. Composición

En su composición química destacan bases xánticas como la cafeína (1,3-2,5 %) y la teobromina (0,1-0,2 %). Otros componentes son taninos catéquicos (catequina y epicatequina), que muchas veces forman complejos con la cafeína, así como proantocianidinas y fenoles (kolatina, kolateína),

Contiene almidón como sustancia de reserva y, en pequeña proporción, aminas (dimetilamina, metilamina, etilamina e isopentilamina).

También contiene otros principios como betaína, colina y sales minerales como potasio, fósforo, magnesio, calcio; ácido silícico.

8.7.2. Características

Una bebida de cola es un refresco usualmente saborizado con caramelo colorado. En la elaboración de las primeras recetas se usaban semillas de *Cola acuminata*.

La palabra **cola** se ha introducido a todo el público principalmente por determinadas marcas comerciales, introduciéndose como una definición genérica de un tipo de bebida, sugiriendo al mercado el uso de "bebida de cola" para otras bebidas carbonatadas de sabor similar. La palabra cola deriva de las nueces de kola que se usaron originariamente como fuente de cafeína.

A pesar del nombre de bebida de cola, sus ingredientes principales son azúcar, aceites cítricos (naranja, lima o cáscara de limón), canela, vainilla y un saborizante ácido, los cuales en su justa medida y proporción se diluyen en agua carbonatada junto a colorantes y conservantes.^[1] Muchos fabricantes de bebidas de cola añaden otros ingredientes a estos para crear un sabor propio de la marca.

Las semillas de *Cola acuminata*, que tienen un sabor amargo, contribuyen en menor medida o ninguna a la mayoría de las recetas. La acidez es aportada por el ácido fosfórico, algunas veces acompañado de algún ácido cítrico o aislado.

Las semillas del árbol de la cola (*Cola nitida Vent.*) Schott et Endl. o de la (*Cola acuminata Beauv.*) Schott et Endl., desecadas y desprovistas de los tegumentos.

De la nuez de cola se producía antes un extracto para refrescos por su alto contenido de cafeína (hasta 5 %).

En África se usan todavía las semillas de forma tradicional.



Figura 14. Planta del árbol de cola (Cola acuminata (Beauv.))

Nuez de cola (*Cola*) es un género de árboles monoicos o dioicos de hojas simples, palmatilobadas o digitadas, con pecíolos a menudo provisto de un pulvínulo. Flores en racimos o panículas axilares sobre la madera vieja. Tienen el cáliz con 4-5(-7) lóbulos y carecen de pétalos. Las flores masculinas con 5-12 estambres dispuestos en dos anillos sobre una corona. Fruto en folículo de 3-4 carpelos leñosos con dehiscencia longitudinal. Comprende más de 100 especies nativas de África.

Son árboles de talla regular (hasta 15 m), con hojas enteras de forma oval-oblongas, acuminadas y pecioladas. El fruto es en poli folículo en forma de estrella, conteniendo cada folículo de 5-10 semillas de gran tamaño (*Cola acuminata*) o con dos semillas (*Cola nitida*).

8.7.3. Origen

Las dos especies son originarias de África ecuatorial (Sierra Leona, Nigeria, Costa de Marfil, Gabón), donde son parte de los bosques, en los que ocupan el segundo estrato arbóreo. Se cultiva en países como Indonesia, Jamaica, Brasil, Nigeria.

8.7.4. Propiedades fisiológicas

La nuez de cola tiene efectos estimulantes debidos a la cafeína, disminuyendo la sensación de fatiga.

En la nuez de cola, los efectos de la cafeína se ven modulados por la presencia de los complejos formados con catequinas que liberan la cafeína lentamente, prolongando su efecto.

También ejerce las acciones anteriormente comentadas para las drogas con bases xánticas, y su uso está indicado como coadyuvante en el tratamiento de estados de fatiga mental y física, astenia y convalecencia. Interviene en algunos preparados coadyuvantes en el tratamiento del sobrepeso. Además, tradicionalmente se ha utilizado para el tratamiento de la depresión, diarrea, cefaleas o mareos.

Como efectos negativos destacan el insomnio, excitación y taquicardia. Puede provocar sobreexcitación seguida de depresión.

La nuez de cola libera de forma lenta la cafeína, por lo que presenta un efecto estimulante más suave que el café y alarga el tiempo de eliminación de la cafeína, lo que potencia el efecto excitante de las bebidas refrescantes en las que van asociada a otras drogas con bases xánticas. Han de evitarse las asociaciones con café, té, mate o guaraná.

8.8. BEBIDAS ENERGETICAS

8.8.1. Composición

Las Bebidas Energéticas están compuestas básicamente por cafeína e hidratos de carbono, azúcares diversos de distinta velocidad de absorción, más otros ingredientes, como aminoácidos, vitaminas, minerales, extractos vegetales, acompañados de aditivos acidulantes, conservantes, saborizantes y colorantes.

Aunque este tipo de bebidas tienen bastantes ingredientes, el "efecto energético" lo proporcionan básicamente dos: el azúcar y la cafeína, de modo que la cafeína es el principal ingrediente activo.

Una lata de Red Bull, por ejemplo, tiene 80 mg de cafeína, de modo que es equivalente a una taza de café, algo más de dos latas de Coca-Cola. Tiene también unos 27 gramos de azúcar, salvo la versión "light", que utiliza aspartamo como edulcorante.

La mayoría de las bebidas vendidas como energéticas contienen cierta concentración de carbohidratos (glucosa, glucuronolactona, sacarosa, maltodextrinas, fructosa o galactosa).

Como aminoácidos, el más frecuente es la taurina. Su nombre químico es ácido 2-aminoetanosulfónico. Es diferente de los otros aminos ácidos, ya que contiene un grupo ácido sulfónico, en lugar de un grupo ácido carboxílico.

También contiene aminoácidos individuales como la glutamina, la arginina y aminoácidos de cadena ramificada (leucina, isoleucina y valina); mientras que, dentro de las vitaminas se encuentran las del grupo B, especialmente B1, B2, B6 y B12. Puede adicionarse también vitamina C.

En algunas bebidas se incluyen algunos minerales, como magnesio y potasio, aunque en cantidades reducidas. Con respecto a aditivos acidulantes, se utilizan ácido cítrico y citratos de sodio, solos o en mezclas buffert para dar mejor sensación de sabor. El conservante más común es el benzoato de sodio, el sabor más utilizado es el cítrico y el color en consonancia es levemente amarillo verdoso, tonalidad alcanzada con riboflavina o extracto de cártamo. No contienen materias grasas.

Muchas bebidas energéticas contienen hierbas donde el principio activo es la cafeína como extractos de semillas de guaraná, nueces de cola y hojas de hierba mate.

También contienen sal del ácido pirúvico, creatinina y carnitina.

La composición del análisis de bebidas energéticas se describe en la Tabla 5.

Tabla 5. Composición de diferentes marcas de bebidas energéticas.

MARCA	GUARANÁ LAMANITA	DYNAMITE	RED BULL	SPEED UNLIMITED	GUARANÁ NATURAL	B52
Fructosa (%)	5,4	5,7	0,6	5	5,8	5,9
Glucosa (%)	6,1	6,4	2,6	5,5	5,9	6,1
Sacarosa (%)	1,1	0	8	1,8	0,1	0,2
Azúcares totales (%)	12,6	12,1	11,2	12,3	11,8	12,2
Sórbico (mg/L)	37	0	0	0	0	0
Benzoico (mg/L)	289	0	0	0	0	0
Taurina (g/L)	0	4,6	4	0,7	0	0,5
Cafeína (mg/L)	6	336	341	322	300	263
Vitamina C (mg/L)	0	0	0	138	139	231
Ácido pantoténico(mg/L)	0	5	24	13	6	23
Vitamina B6 (mg/L)	0	23,6	24,8	4,1	4	7,4
Niacina B3 (mg/L)	0	0	81	0	34	62
Riboflavina B2 (mg/L)	0	0,9	6	0	3,2	0
Ácido fólico (mg/L)	0	0	0	0	0	0,64
Biotina (mg/L)	0	0	0	0,32	0	0
Vitamina B12 (ug/L)	0	0	23,9	0	0	0

8.8.2. Características

Una **bebida energética** es una bebida sin alcohol y con algunas virtudes estimulantes que desde hace más de una década han salido al mercado mundial ofreciendo al consumidor supuestas virtudes regeneradoras de la fatiga y el agotamiento, además de aumentar la habilidad mental y desintoxicar el cuerpo.

No se deben confundir con bebidas re-hidratantes ni con otro tipo de bebidas como las gaseosas, ya que inclusive en los mismos envases se advierte que no se considera una bebida hidratante.

Las bebidas energéticas no son bebidas isotónicas. Estas últimas se utilizan para retener el agua en el organismo, para reducir la deshidratación durante exposiciones prolongadas al calor y/o frente a ejercicios físicos.



Figura 15. Diferentes marcas de bebidas energéticas

8.8.3. Origen

Estas bebidas surgen por la comercialización en el mercado mundial de bebidas ya existentes en países asiáticos o latinoamericanos, que sólo eran conocidas allí. Algunas son de larga tradición en su país fundador teniendo más de una década de consumo, pero por lo general todas han venido apareciendo desde el año 1995 cuando el mercado austriaco decidió comercializarlas después de descubrirlas.

La más famosa de todas es Red Bull que se comercializa desde los años 90, pero tiene más de 25 años de existencia.

Todas estas bebidas nacen con la intención de incrementar la resistencia física, habilitar reacciones más veloces a quien las consume, lograr un nivel de concentración mayor, evitar el sueño, proporcionar sensación de bienestar, estimular el metabolismo y ayudar a eliminar sustancias nocivas para el cuerpo. Volviéndose así famosa en deportistas, estudiantes, empleados nocturnos y cualquier otro tipo de personas.

El consumo de estas bebidas varía por marcas y regiones, teniendo productos más conocidos en una parte del mundo, y otros en otra parte. Es decir que aunque existen marcas tradicionales, hay otras que son exclusivas o más conocidas en un país.

8.8.4. Propiedades fisiológicas

Parte la sensación de bienestar producida por las bebidas energéticas es a causa de un efecto energético que se produce por la acción de sustancias psicoactivas (siendo la cafeína, un alcaloide, uno de los ingredientes en estas bebidas) que actúan sobre el sistema nervioso central, inhibiendo en diferentes grados, según

el producto, los neurotransmisores encargados de transmitir las sensaciones de cansancio, sueño, etc. Y potenciando aquellos relacionados con las sensaciones de bienestar y la concentración. Por contener altas dosis de cafeína pueden producir dependencia.

La cafeína es un estimulante del sistema nervioso central que, por ejemplo, logra aumentar los niveles extracelulares de los neurotransmisores noradrenalina y dopamina en la corteza prefrontal del cerebro, lo que explica buena parte de sus efectos favorables sobre la concentración. Aunque unas dosis altas de cafeína pueden producir ligeros dolores de cabeza y si se ingiere después de haber comenzado el ejercicio, la cafeína puede tener un efecto laxante y diurético.

Si bien estas bebidas incluyen en su composición glucosa y otros azúcares que proporcionan energía al cuerpo (excepto las versiones dietéticas), no eliminan realmente la fatiga muscular ni el agotamiento en general, solamente inhibe temporalmente estas sensaciones, por lo tanto es normal una sensación de decaimiento una vez que acaba su efecto en el organismo.

La sal del ácido pirúvico se presenta como un combatiente de la fatiga así como un efectivo quemador de grasa. En grandes cantidades produce malestar gastrointestinal.

Las proteínas son empleadas como combustibles. Los aminoácidos individuales como la glutamina, la arginina, la taurina y aminoácidos de cadena ramificada (leucina, isoleucina y valina), incrementan el almacenamiento de glucógeno en los músculos durante la recuperación después del ejercicio.

La taurina participa en el metabolismo de las grasas facilitando la absorción, transporte y utilización de los ácidos grasos con el fin de obtener energía. Otras funciones están relacionadas con el tejido muscular.

La cantidad de creatina añadida a la mayoría de las bebidas energéticas suele ser muy pequeña como para tener algún efecto sobre el rendimiento.

La carnitina está relacionada con el metabolismo de los ácidos grasos y se utiliza para retardar la fatiga debido a la estimulación de un mayor uso de las grasas como fuente de energía durante el ejercicio.

CAPÍTULO 9: SEPARACIÓN DE LA CAFEÍNA

Para la separación de la cafeína de productos naturales se deben realizar una serie de pasos iniciales que permitan la obtención de la cafeína, aislada del resto de las sustancias que la acompañan y que es necesario eliminar, puesto que pueden constituir interferencias para su posterior determinación. Dependiendo del producto comercial con el que se trabaje, se seguirán una serie de operaciones que requieren repetidos pasos de purificación, acompañadas de estudios para verificar que se ha logrado obtener la cafeína en forma pura.

9.1. Aplicación de la técnica de extracción a la separación de la cafeína

La yerba mate, café, nuez de cola, guaraná, chocolate y té, contiene celulosa, que es un polímero de la glucosa y el principal material estructural de las células de todas las plantas. Dado que la celulosa es insoluble en agua, no presenta problemas en el procedimiento de separación de la cafeína.

Los taninos también se disuelven en agua caliente utilizada para extraer los compuestos vegetales. El término tanino no se refiere a un compuesto único homogéneo, o inclusive a sustancias que tienen una estructura química similar; éste se refiere a una clase de compuestos que tienen ciertas propiedades en común. Los taninos son compuestos de origen vegetal que tienen naturaleza de polifenoles y un peso molecular entre 500 y 3000. Se usan ampliamente para teñir el cuero. Los taninos se dividen normalmente en los que pueden ser hidrolizados con agua y los que no pueden hidrolizarse.

Los **taninos hidrolizables (gálicos o pirogálicos)** se hidrolizan con facilidad tanto por ácidos y álcalis como por vía enzimática. Se encuentran en este grupo los taninos gálicos propiamente dichos que son polímeros del ácido gálico, ésteres de un poliol, generalmente de la glucosa con varias moléculas de ácido gálico y los taninos elágicos o elagitaninos también son ésteres pero en este caso del ácido hexahidroxidifénico y sus derivados. El ácido hexahidroxidifénico se forma por acoplamiento oxidativo de dos moléculas de ácido gálico.

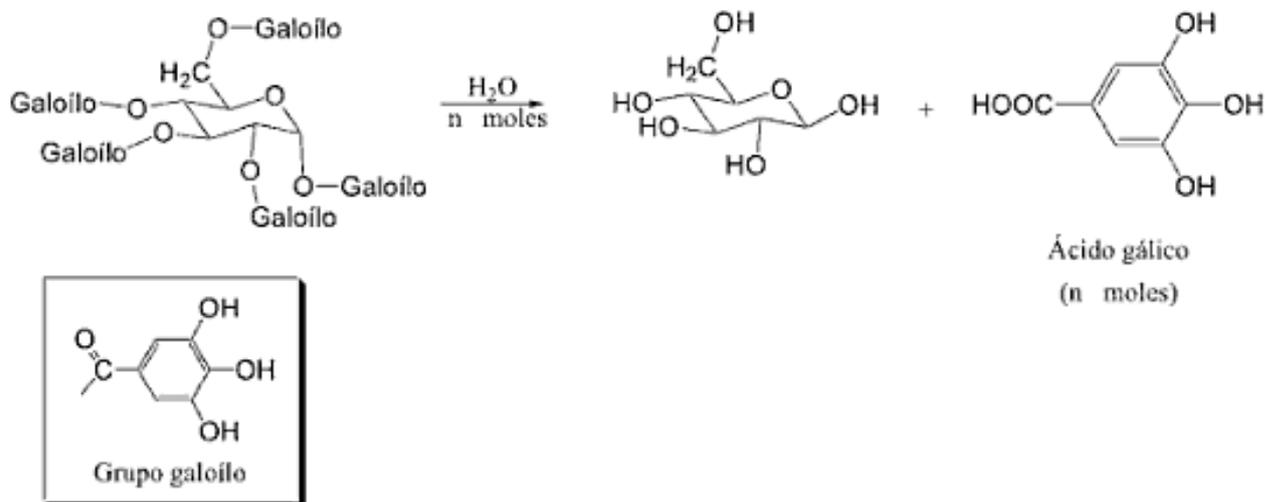


Figura 16. Hidrólisis de taninos derivados del ácido gálico

Los **taninos no hidrolizables (condensados o proantocianidinas)** se hidrolizan con dificultad y por el contrario, el tratamiento con calor y ácidos minerales origina polímeros de alto peso molecular (flobafenos). Químicamente son polímeros condensados del catequino o catecol (flavanol) Estos polímeros no son uniformes en su estructura; la molécula de catequino está normalmente ligada a la posición 4 y 8 del anillo.

También se han encontrado casos de taninos en los cuales algunos de los grupos hidroxilo de la glucosa han sido esterificados con grupos digaloilo.

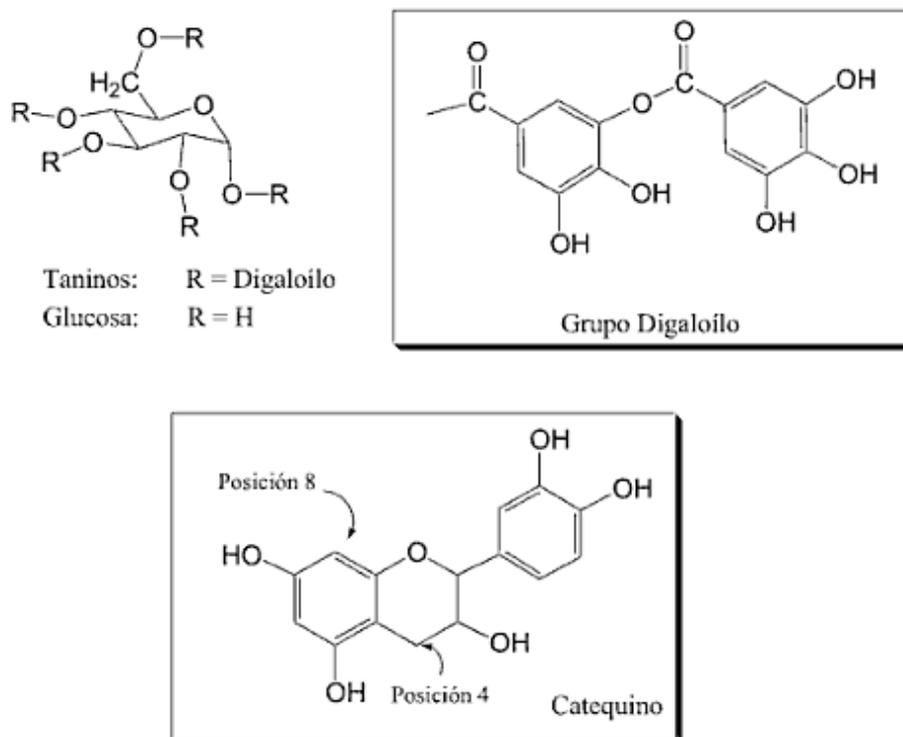


Figura 17. Estructura de los taninos derivados del digaloilo y catequino

Cuando los taninos se extraen con agua caliente, algunos de esos compuestos son parcialmente hidrolizados para formar ácido gálico. Los taninos son compuestos ácidos, lo cual se debe a la naturaleza de los grupos fenólicos y del grupo carboxilo. El tratamiento químico de los frutos vegetales (té, café, nuez de cola, etc.) con una base, como por ejemplo carbonato de sodio, convierte a los taninos ácidos en sus respectivas sales de sodio, las cuales son muy solubles en agua por su naturaleza iónica.

Aunque la cafeína es soluble en agua, es mucho más soluble en cloroformo y por eso puede ser extraída con este disolvente orgánico, mientras las sales de sodio del ácido gálico y los taninos permanecen en la fase acuosa. Así, la extracción con cloroformo de la solución básica separa la cafeína casi pura.

El sulfato de sodio anhidro actúa eliminando toda el agua y las sales solubles en agua que se mantienen en el disolvente orgánico (capa orgánica) o accidentalmente transferido en la decantación.

El disolvente orgánico puede ser eliminado fácilmente por evaporación o por destilación, teniendo en cuenta su punto de ebullición, o mediante vacío usando un equipo de evaporación rotatoria, para conseguir la cafeína.

Una vez separada la cafeína de la mezcla, deben ser purificadas ya que en el proceso de su aislamiento, las distintas fases orgánicas pueden arrastrar algún componente que no se haya disuelto bien en la fase acuosa correspondiente.

En un experimento típico de laboratorio, un sólido que se separa de una mezcla de reacción suele ir acompañado de impurezas, por lo que es necesario

someterlo a un proceso posterior de purificación mediante la técnica que se denomina recristalización. Los cristales obtenidos se deben recristalizar con una mínima cantidad de disolvente o pares de disolventes, como por ejemplo acetona-éter de petróleo, para dar lugar a pequeñas agujas de un sólido cristalino blanco.

9.2. Extracción

La extracción es un proceso mediante el cual una sustancia que se encuentra en una mezcla sólida o disuelta en un determinado disolvente es transferida a otro disolvente. Las razones más frecuentes por las que se usa una extracción en Química Analítica son aislar, concentrar o separar un analito de una especie que interfería en su análisis. La sustancia a separar puede tratarse tanto de un sólido como de un líquido, y en función de tener una muestra sólida o líquida, el método de trabajo será diferente. Por lo tanto, la extracción puede clasificarse dependiendo del estado físico de los materiales: sólido-líquido o líquido-líquido.

9.2.1. Extracción sólido-líquido

La extracción sólido-líquido es una operación básica cuya finalidad es la separación de uno o más componentes contenidos en una fase sólida, mediante la utilización de una fase líquida o disolvente. El componente que se transfiere a la fase líquida recibe el nombre de soluto, mientras que el sólido insoluble se denomina inerte. Esta extracción recibe distintos nombres según la finalidad del proceso: lixiviación, lavado, percolación, etc.

Si se pretende eliminar un componente no deseado de un sólido, se habla de lavado. Por el contrario, si el componente extraído es el valioso se le denomina lixiviación. La palabra percolación representa más bien a la forma de operar (vertido de un líquido en sólido) más que al objeto perseguido.

La cafeína es perfectamente soluble en agua caliente, por lo que mediante una lixiviación en este disolvente se puede extraer eficazmente. La extracción se lleva a cabo mediante un sistema de reflujo que consiste en calentar a ebullición una mezcla que contenga, al menos un líquido en el interior del matraz, redondo, en la boca del cual se ha colocado un refrigerante de camisa o serpentín, de modo que los vapores generados en el matraz condensan en el refrigerante y vuelven a caer en el interior del mismo. Un gran número de reacciones en Química Orgánica se realizan con este montaje. Permite mantener la reacción a temperatura constante (punto de ebullición del disolvente), el tiempo que sea necesario y sin pérdida de disolvente. Al igual que en las destilaciones, se añaden trocitos de porcelana porosa (o agitación magnética). Tras la lixiviación de la cafeína pasa a la disolución acuosa, pero acompañada de otros compuestos orgánicos que también son solubles en agua caliente, especialmente taninos (compuestos de origen vegetal que tienen naturaleza de polifenoles).

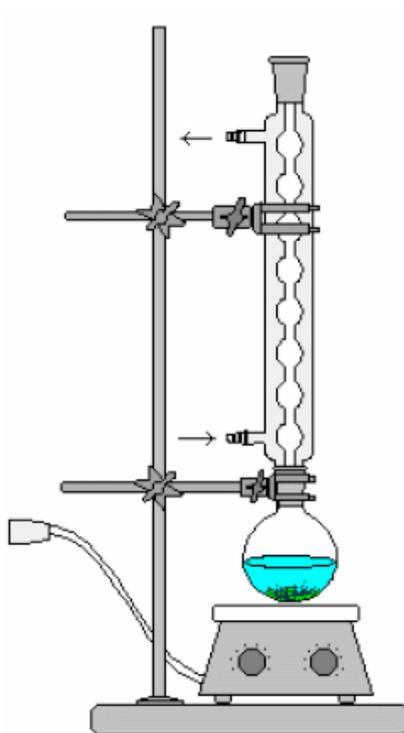


Figura 18. Extracción sólido-líquido mediante reflujo

9.2.2. Extracción líquido-líquido

El caso más frecuente es la extracción de una disolución acuosa con un disolvente orgánico. Los disolventes orgánicos utilizados en extracción deben tener baja solubilidad en agua, alta capacidad de solvatación hacia la sustancia que se va a extraer y bajo punto de ebullición para facilitar su eliminación posterior.

Cuando las dos fases se separan en dos capas, se dará un equilibrio tal que, a una temperatura dada, la razón de la concentración del soluto en cada capa viene dada por una constante llamada coeficiente de distribución o de partición, K , que es entonces definido por:

$$K = C_A / C_B \quad (1)$$

donde C_A es la concentración en gramos por litro del compuesto en el disolvente A y C_B es la concentración del mismo en el disolvente B.

A nivel de laboratorio el proceso se desarrolla en un embudo de decantación. La extracción nunca es total, pero se obtiene más eficacia cuando la cantidad del segundo disolvente se divide en varias fracciones y se hacen sucesivas extracciones que cuando se añade todo de una vez y se hace una única extracción.

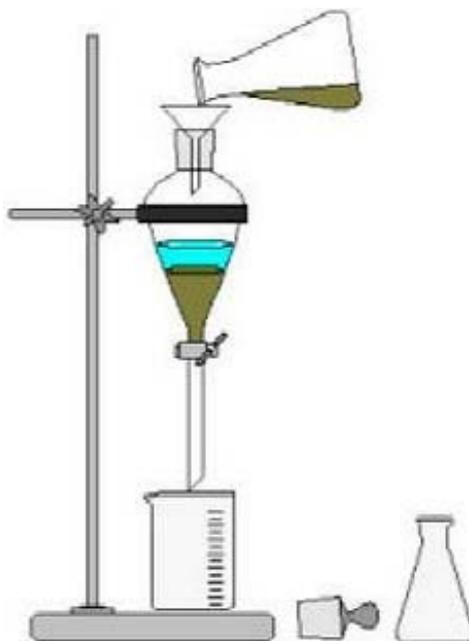


Figura 19. Extracción líquido-líquido con embudo de decantación

La extracción líquido-líquido se puede agrupar en tres categorías diferentes, dependiendo de la naturaleza de la impureza que se desea eliminar.

- a) Los compuestos polares de cadena carbonada pequeña y los compuestos polifuncionales pueden separarse fácilmente con agua desde los disolventes orgánicos. Y, por el contrario, los compuestos no polares y los compuestos de cadena carbonada superior a cuatro carbonos pueden separarse fácilmente con disolventes orgánicos desde las soluciones acuosas.
- b) Los ácidos orgánicos de más de cuatro carbonos pueden extraerse fácilmente, desde las soluciones orgánicas, mediante soluciones alcalinas (soluciones 5-10% de NaOH o soluciones de NaHCO_3). Sus respectivas sales alcalinas son hidrosolubles. Luego los ácidos se recuperan de la fase acuosa neutralizando dichas soluciones con ácidos diluidos (típicamente solución 5-10% de HCl).
- c) Las bases orgánicas de más de cuatro carbonos pueden extraerse fácilmente, desde las soluciones orgánicas, mediante soluciones ácidas (soluciones 5-10% de HCl). Sus respectivas sales ácidas son hidrosolubles. Luego las bases orgánicas se recuperan de la fase acuosa neutralizando dichas soluciones con bases diluidas (típicamente soluciones 5-10% de NaOH o soluciones 5-10% de NaHCO_3).

9.2.3. Disolventes para la extracción

Se utilizan frecuentemente disolventes como el éter dietílico, tolueno y hexano, que son inmiscibles con agua y menos densos que ésta. Todos ellos forman una fase separada por encima de la fase acuosa. Los disolventes orgánicos muy utilizados son el tolueno ($\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_3$), el éter de petróleo (mezcla de alcanos de baja magnitud molecular), el cloruro de metileno (CH_2Cl_2), el cloroformo (CHCl_3),

el tetracloruro de carbono (CCl_4), el acetato de etilo ($\text{CH}_3\text{-COOC}_2\text{H}_5$) y el alcohol n-butílico ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$). La elección del disolvente se realiza en cada caso teniendo en cuenta la solubilidad en el mismo de la sustancia a extraer y la facilidad con que puede separarse ésta del disolvente.

El éter dietílico es el más utilizado por la gran solubilidad en el mismo de la mayor parte de los compuestos orgánicos y por su bajo punto de ebullición (35°C). Sin embargo, su gran volatilidad y su fácil inflamabilidad exigen manejarlo con la máxima precaución.

La cafeína es bastante más soluble en un disolvente orgánico que en agua; así que agitando el filtrado en contacto con un cierto volumen de disolvente en el embudo de decantación, la cafeína pasa mayoritariamente a la fase orgánica. Dado que el disolvente orgánico es más denso que el agua, formará la capa inferior, que se podrá recoger separada simplemente abriendo la llave del embudo. La glucosa se separa de la cafeína extrayendo ésta en el disolvente orgánico, en el que la glucosa no es soluble.

9.2.4. Emulsiones

La extracción líquido-líquido con ayuda del embudo no puede ser demasiado vigorosa, para evitar la formación de emulsiones que retardan drásticamente la definición de las dos fases. Una emulsión es una dispersión de gotas muy finas de un líquido en otro inmisible, y en los procesos de extracción puede causar tropiezos.

Con frecuencia, sobre todo cuando se trabaja con soluciones alcalinas, se forman emulsiones durante el proceso de extracción. Estas pueden romperse, de ordinario, mediante:

1. Un movimiento de giro suave al líquido del embudo de separación, mantenido en su posición normal.
2. Agitación vigorosa de la capa emulsionada con una varilla de vidrio.
3. Saturación de la capa acuosa con sal común.
4. Centrifugación.

El método de saturación con sal, tiene una doble ventaja: hace disminuir la solubilidad en agua de la mayor parte de los solutos y de los disolventes orgánicos. Su nombre es efecto salino.

Si la emulsión llegara a formarse, es aconsejable adicionar un compuesto iónico como cloruro de sodio (NaCl) o sulfato de potasio (K_2SO_4) a la fase acuosa; los componentes iónicos disminuyen la tensión en la superficie de las gotas de agua, e incrementan drásticamente la incompatibilidad entre el agua y los solventes orgánicos, facilitando la rápida y clara distinción de las dos capas.

9.3. Filtración

La filtración es la operación unitaria en la que el componente sólido insoluble de una suspensión sólido-líquido se separa del componente líquido haciéndolo pasar a través de una membrana porosa que retiene a las partículas sólidas en su superficie.

Se le denomina prefiltrado a la suspensión sólido-líquido alimentada, filtrado al componente líquido que pasa a través de la membrana, a la membrana se le conoce como el medio filtrante y a los sólidos separados se les llama torta del filtro.

Todo equipo de filtración, independientemente de su diseño, debe tener un soporte para el medio filtrante, un espacio para la acumulación de sólidos, canales para alimentar el prefiltrado y para retirarlo, y un medio para inducir el flujo del filtrado a través del filtro. En algunas ocasiones es el líquido (el filtrado) el que constituye al producto deseado, y en otras ocasiones la torta del filtro.

La filtración puede efectuarse en caliente o frío, y realizarse por gravedad o por vacío. La disolución de la mezcla sólida en el disolvente caliente, permite eliminar mediante filtración las impurezas insolubles, mientras la muestra permanece disuelta en el disolvente caliente. La filtración en caliente presenta algunas ventajas como: es más rápida; y se mantiene a la temperatura del disolvente evitando la formación de cristales en el papel de filtro y su contaminación como resultado del enfriamiento de la solución.

Para la filtración mediante vacío se utiliza un embudo Büchner para muestras voluminosas o un embudo Hirsch para muestras pequeñas. Entre el embudo y el Kitasato se pone un tapón de goma perforado, adaptado a la boca del Kitasato. La succión se realiza por la conexión lateral que presenta el Kitasato. Este vacío se logra utilizando una bomba mecánica de vacío o una trompa de vacío conectada a un grifo.

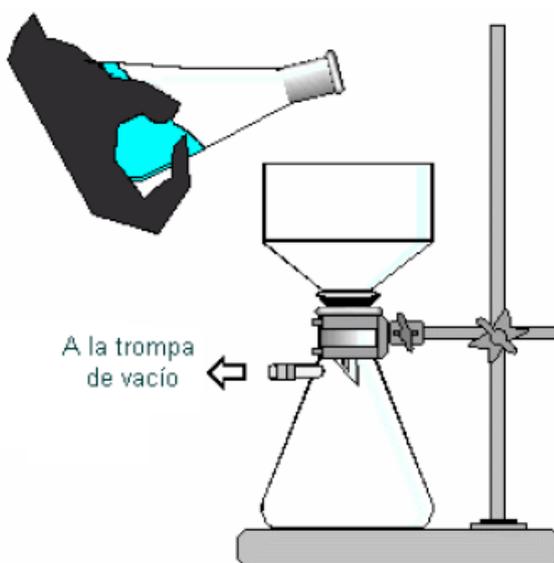


Figura 20. Filtración al vacío

Sobre la placa perforada del embudo Büchner se coloca un papel de filtro circular. La superficie de papel de filtro deberá estar perfectamente limpia, lisa y adherida a la placa perforada del embudo cubriendo toda la superficie, pero su diámetro debe ser ligeramente superior a placa. No debe tocar las paredes ni poseer pliegues que impidan un buen cierre. Se recomienda mantener caliente el embudo agregando un pequeño volumen de disolvente caliente previo a la filtración o manteniendo el embudo en una estufa hasta su uso, ya que durante el filtrado caliente con vacío la superficie del embudo puede enfriar la solución y generar cristales.

Las filtraciones que se realizan en la separación de la cafeína se hacen con la solución caliente y por vacío para evitar la formación de cristales y obtener un rendimiento óptimo. Esta operación debe efectuarse con mucho cuidado y lentamente, ya que la solución tiene pequeñas partículas sólidas que van obstruyendo progresivamente los poros del papel de filtro y se puede producir alguna reabsorción.

9.4. Evaporación

El objetivo de esta operación es concentrar una solución que consta de un soluto no volátil y un disolvente volátil. Se lleva a cabo vaporizando una parte del disolvente con el fin de obtener una solución concentrada.

La evaporación se diferencia del secado en que el residuo es un líquido en vez de un sólido. En el caso de la destilación, la discrepancia es que en la evaporación el vapor es generalmente un solo componente, y aún cuando el vapor sea una mezcla, no se pretende separar el vapor en fracciones. La diferencia que presenta también con la cristalización es que el interés se centra en concentrar la disolución pero no en la obtención de cristales. Generalmente, en evaporación el líquido concentrado es el producto valioso.

Existen operaciones de extracción en las que se le añaden grandes cantidades de disolventes orgánicos, que es necesario eliminar para obtener los extractos o los productos naturales en forma pura. Muchos de estos productos naturales son sensibles a temperaturas altas y a la exposición de la luz. En estos casos es conveniente la eliminación de los disolventes utilizados en la extracción, por evaporación a presiones reducidas.

El equipo ideal para este tipo de operación es el evaporador rotativo (rotavapor) que permiten eliminar, de forma rápida, los disolventes utilizados en la purificación y aislamiento de compuestos orgánicos.

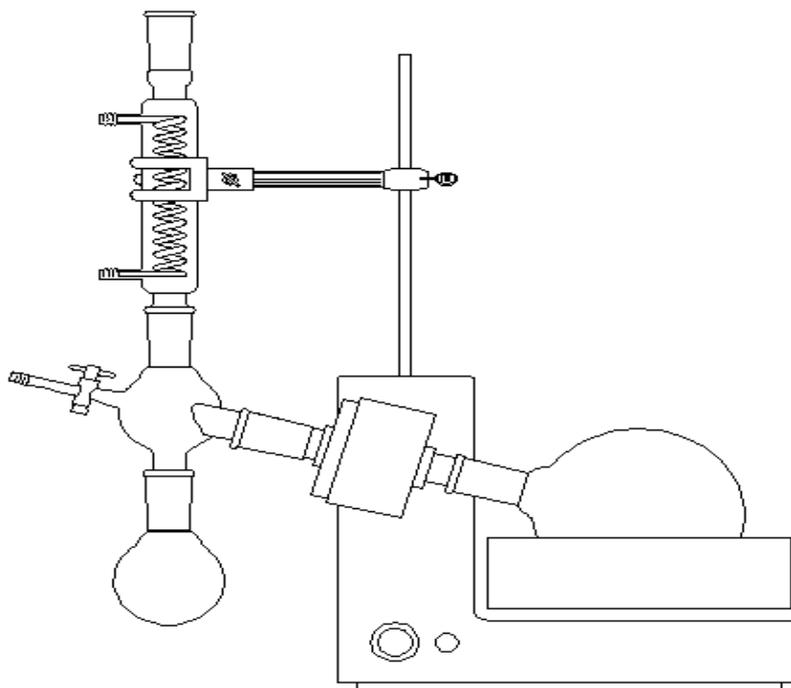


Figura 21. Evaporación al vacío. Rotavapor

La utilización de presión reducida permite realizar a la evaporación del disolvente a temperatura muy inferior a su temperatura de ebullición a presión atmosférica. El matraz donde se introduce la disolución es sometido a rotación y calentamiento, al mismo tiempo. Esto permite la formación de una película de líquido muy fina y una gran transferencia de calor entre el baño y el matraz, consiguiéndose una evaporación muy rápida.

El conjunto constituye un sistema cerrado conectado a una bomba de vacío, bien una trompa de agua o un circuito de vacío. Se compone esencialmente de un refrigerante que produce la condensación del disolvente que se recoge en un colector y un motor eléctrico que origina el giro de un tubo con un ajuste esmerilado al que se acopla un matraz redondo conteniendo la disolución.

9.5. Cristalización de compuestos orgánicos

Hoy día esta técnica se mantiene como el procedimiento más adecuado para la purificación de sustancias sólidas. En general, la purificación por recristalización se basa en el hecho de que la mayoría de los sólidos son más solubles en un disolvente en caliente que en frío.

El sólido que se va a purificar se disuelve en el disolvente caliente, generalmente a ebullición, la mezcla caliente se filtra para eliminar todas las impurezas insolubles, y entonces la solución se deja enfriar para que se produzca la cristalización. En el caso ideal, toda la sustancia deseada debe separarse en forma cristalina y todas las impurezas solubles deben quedar disueltas en las aguas madres. En el proceso de cristalización es aconsejable que la velocidad de enfriamiento de la solución que contiene la sustancia a recristalizar, sea

moderada para obtener cristales medianos. Si el enfriamiento es rápido, el tamaño de los cristales será muy pequeño y, en conjunto, poseerán una mayor superficie de adsorción en la que podrán fijarse una mayor cantidad de impurezas. Si el enfriamiento es lento, el tamaño será muy grande y podrán quedar atrapadas impurezas en el interior del cristal. La cristalización depende de la diferencia de solubilidad de la sustancia entre el solvente frío y caliente. Es conveniente que dicha solubilidad sea alta en el solvente caliente y baja en el solvente frío para facilitar la recuperación del material inicial. Finalmente, los cristales se separan por filtración y se dejan secar. Si con una cristalización sencilla no se llega a una sustancia pura, el proceso puede repetirse empleando el mismo u otro disolvente.

9.5.1. Elección del disolvente

La mejor forma de encontrar un disolvente apropiado para la recristalización de una sustancia determinada es comprobar experimentalmente distintos disolventes. No obstante, algunas generalizaciones, razonablemente válidas, pueden ayudar a reducir la búsqueda.

- a) Los compuestos iónicos se disuelven en disolventes polares y los compuestos no iónicos en disolventes no polares.
- b) Los compuestos no iónicos se pueden disolver en agua si sus moléculas se ionizan en solución acuosa o puedan asociarse con moléculas de agua a través de puentes de hidrógeno. Por este motivo, los hidrocarburos y sus derivados halogenados son prácticamente insolubles en agua, pero los compuestos en cuyas moléculas existen grupos funcionales tales como alcohol (-OH), aldehído (-CHO), cetona (R-CO-R), ácido carboxílico (-COOH) y amida (-CONH₂), que pueden formar puentes de hidrógeno con agua, son solubles en este disolvente, a menos que la relación del número total de átomos de carbono al de tales grupos funcionales en la molécula sea superior a 4 ó 5.
- c) Los disolventes hidroxílicos asociados como metanol, etanol, ácido acético, presentan un poder intermedio entre agua y el éter etílico o benceno. Son buenos disolventes para los compuestos orgánicos que pueden asociarse.

Un disolvente ideal para una recristalización debe poseer las siguientes características:

- a) Un coeficiente de temperatura elevado para la sustancia que se va a purificar. Debe disolver una gran cantidad de la misma a su temperatura de ebullición y sólo una pequeña cantidad a la temperatura ambiente o ligeramente por debajo de ella.
- b) Un coeficiente de temperatura bajo para las impurezas.
- c) Al enfriarse debe suministrar rápidamente cristales bien formados del compuesto que se purifica, de los que debe ser fácilmente separable.
- d) No debe reaccionar con el soluto.
- e) Su utilización no debe ser peligrosa (inflamable).
- f) Debe ser barato.

Tabla 6. Algunos disolventes utilizados para recristalizaciones

Disolvente	P _{eb} (°C)	P _f (°C)	Constante dieléctrica	Miscibilidad en agua
Acetato de etilo	77,2	-84	6,02	-
Acetona	56,1	-95	20,7	+
Acetonitrilo	81,6	-45,7	36,2	+
Ácido acético	117,9	16,6	6,2	+
Agua	100	0	78,5	+
Benceno	80,2	5,5	2,17	-
Cloroformo	61,3	-63,5	4,7	-
Diclorometano	40,1	-96,7	8,9	-
Dioxano	101,5	11,7	2,21	-
Etanol	78,1	-116	24,3	+
Éter	34,6	-116	4,22	-
Éter de petróleo	35-65	<0		-
Éter dietílico	34,6	-116,3	3,5	-
Formamida	193	2,55	109,50	+
Nitrobenceno	210,9	5,7	34,6	+
Hexano	69	-95	2,0	-
Piridina	115,5	-41,8	12,3	+
Tetracloruro de carbono	76,8	-22,8	2,23	-
Tolueno	110,8	-95	2,4	-

9.5.2. Recristalización de una sustancia usando una mezcla de disolventes

Con frecuencia se encuentra que una sustancia es demasiado soluble en un disolvente y demasiado poco soluble en otro para realizar una recristalización de la misma. Entonces se pueden utilizar, frecuentemente con buen resultado, pares de disolventes tales como alcohol metílico-agua, alcohol etílico-agua, éter-acetona y benceno-ligroína. En estos casos, el compuesto se disuelve en el disolvente, en el que es muy soluble (a su temperatura de ebullición o ligeramente por debajo de ésta), y entonces se añade, gota a gota y caliente, el otro disolvente en el que la sustancia es sólo ligeramente soluble, hasta que aparece una tenue turbidez persistente. Se añaden entonces unas gotas del otro disolvente para eliminar la turbidez y la solución se deja enfriar de la forma habitual.

9.6. Desecantes

Cuando se lleva a cabo una extracción la fase orgánica arrastra cierta cantidad de agua por lo que, antes de realizar una posterior purificación de los productos, hay que secarla. Para ello se usan sustancias químicas que reaccionan de alguna forma con el agua o absorben ésta, eliminándola, y que se denominan agentes desecantes.

Características. Un buen desecante debe reunir determinadas condiciones:

- No reaccionar con la sustancia cuya disolución se va a secar.
- Poseer una gran eficacia, es decir, eliminar el agua completamente.
- Tener una gran capacidad de secado, lo que implica ser capaz de eliminar una gran cantidad de agua por unidad de peso de desecante.
- Secar rápidamente.
- Ser fácilmente separable de la disolución o líquido objeto del secado.

9.6.1. Tipos de desecantes

- a) **Reversibles:** Actúan combinándose con el agua de forma reversible formando hidratos. Se utilizan en secados preliminares. No se emplean cuando hay que refluir o destilar pues la calefacción revierte el equilibrio:



y una gran parte del agua de hidratación pasaría con el destilado. Se separan de la sustancia seca por filtración o decantación. Frecuentemente, la agitación, que ayuda a alcanzar el equilibrio, acelera la velocidad de secado.

Tabla 7. Desecantes reversibles

CaCl ₂	Hidrocarburos, derivados halogenados, éteres. No debe utilizarse para ácidos, alcoholes, fenoles, aminas, cetonas, ésteres.
Na ₂ SO ₄	Universal
MgSO ₄	Universal
CaSO ₄	Universal
NaOH, KOH	Aminas
K ₂ CO ₃	Cetonas, ésteres, alcoholes, aminas

- **El cloruro cálcico anhidro (CaCl₂)** se utiliza mucho por ser de gran capacidad y relativamente barato. Sin embargo, es bastante lento y moderadamente eficaz. Es particularmente adecuado para secados preliminares, pero se recomienda solamente, para hidrocarburos y sus

derivados halogenados y para éteres. Es generalmente inadecuado para compuestos ácidos, tales como ácidos carboxílicos y fenoles, porque con frecuencia contiene algo de cal, y para alcoholes, cetonas, aminas, aminoácidos, amidas y algunos aldehídos y ésteres por la formación de complejos.

- Las **sales anhidras neutras**: son inertes e insolubles en los líquidos orgánicos por lo que se pueden utilizar para secar cualquier tipo de compuestos.
 - **El sulfato sódico (NaSO_4)** es barato y presenta una gran capacidad, sin embargo, es lento y, debido a su baja eficacia, es casi siempre inservible para disolventes tales como el benceno, tolueno y cloroformo, en los que el agua se disuelve muy poco. Es recomendable como agente de secado preliminar para la eliminación de cantidades grandes de agua, especialmente en las soluciones etéreas.
 - **El sulfato magnésico anhidro (MgSO_4)** es un desecante excelente para todos los fines. Presenta gran capacidad y eficacia y es barato y bastante rápido.
 - **El sulfato calcio anhidro (CaSO_4) (Drierita)** es muy rápido y eficaz, pero tiene una capacidad de secado pequeña. Con frecuencia se utiliza después de un desecante primario, como el sulfato sódico.
 - **El hidróxido sódico anhidro**, y especialmente **el hidróxido potásico anhidro**, son los desecantes más adecuados para el secado de aminas. Debido a su fuerte basicidad, no se utilizan para el secado de otros compuestos, excepto en los desecadores en los que el desecante no se pone en contacto con el producto a secar.
 - **Carbonato potásico anhidro (K_2CO_3)** es de capacidad y eficacia moderadas. Actúa lentamente. Se utiliza con cierta frecuencia para el secado de cetonas, ésteres, alcoholes y aminas, especialmente como agente de secado previo. Es un reactivo básico y por tanto es incompatible con compuestos de carácter ácido como ácidos carboxílicos y fenoles.
- b) **Irreversibles**: Sustancias que reaccionan químicamente con el agua en un proceso no reversible dando lugar a un nuevo compuesto. No se emplean en secados preliminares ni con disoluciones orgánicas. Son muy reactivos y deben manejarse con precaución. Aunque son muy eficaces no deben utilizarse si la proporción de agua es muy elevada pues reaccionan con ella violentamente. Algunos requieren procedimientos especiales para su eliminación. Son adecuados para secar disolventes mientras se refluyen o destilan, ya que secan mejor a altas temperaturas.

Tabla 8. *Desecantes irreversibles*

Na	Éteres, alcanos, hidrocarburos aromáticos
CaH ₂	Éteres, aminas terciarias
P ₂ O ₅	Hidrocarburos, derivados halogenados, éteres, nitrilos
CaO	Alcoholes de bajo peso molecular

- **El sodio metálico (Na)** es un agente muy eficaz, especialmente cuando se utiliza en forma de un hilo muy fino, pero se puede utilizar solamente para secar éteres, alcanos e hidrocarburos aromáticos. Su utilización debe siempre ir precedida por un secado previo con cloruro cálcico, sulfato magnésico o anhídrido fosfórico.
 - **El hidruro de calcio (CaH₂)** es un desecante poderoso y de gran capacidad de desecación. Su eficacia aumenta enormemente al elevar la temperatura. El hidruro cálcico se recomienda para eliminar trazas de humedad de gases y de éteres y aminas terciarias.
 - **El anhídrido fosfórico (P₂O₅)** elimina el agua con mucha eficacia y muy rápidamente. Es caro. Solamente se emplea cuando se necesita un alto grado de desecación y sólo después de un secado preliminar con un agente menos caro y eficaz. Se emplea para secar hidrocarburos y sus derivados halogenados sencillos, éteres y nitrilos, pero nunca para alcoholes, cetonas, aminas y ácidos.
 - **El óxido cálcico (CaO)** se utiliza corrientemente para el secado de alcoholes de peso molecular bajo.
- c) **Otros desecantes.** Agentes adsorbentes que actúan por adsorción de agua en su superficie. Son la gel de sílice y los 'tamices moleculares' (zeolitas de tamaño de poro variable).

Dependiendo del producto comercial (yerba mate, café, bebida de cola, guaraná, chocolate, té o bebida energética) que se utilice para la obtención y purificación de la cafeína, se opera con diferentes técnicas. Cada uno de los ensayos utilizados se describe paso a paso en los procedimientos normalizados de trabajo (PNT's) siguientes, que se pueden observar detalladamente en los anexos que se adjuntan en este trabajo:

- PNT-P-OBCATEER-00: Obtención de la cafeína del té
- PNT-P-OBCACAER-00: Obtención de la cafeína del café
- PNT-P-OBCAYMER-00: Obtención de la cafeína de la yerba mate
- PNT-P-OBCARCER-00: Extracción de la cafeína en refrescos de cola
- PNT-P-OBCABGER-00: Extracción de la cafeína en bebidas con guaraná

CAPÍTULO 10: MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA DETERMINACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LA CAFEÍNA

La cafeína es un alcaloide del grupo de las xantinas, que actúa como droga estimulante y psicoactiva. Se encuentra en muchas especies de plantas. La fuente habitual de cafeína es el café, pero también se encuentra en el té (teína), guaraná (guaranina), mate (mateína), cacao y refrescos de cola, entre otros. El contenido de cafeína varía enormemente de unas plantas a otras. Dentro de una misma especie también existe gran variabilidad. Así, el contenido en cafeína del café varía dependiendo de la variedad, del tipo de grano y del método de preparación. Las plantas producen cafeína como pesticida natural, a modo de protección mecánica a través de la cual logran paralizar y matar ciertos insectos que se alimentan de la planta.

La determinación de cafeína ha adquirido mucha importancia, debido a su uso en la industria farmacéutica y en la industria de alimentos; ya sea como ingrediente en la elaboración de refrescos y bebidas energéticas o por su presencia en productos como el té, el mate, el cacao y el café. En todos estos casos, el control de calidad del parámetro cafeína es necesario en los productos. Por esta razón, se han desarrollado nuevos métodos instrumentales para su determinación en diversas matrices, especialmente en alimentos.

Para elegir una técnica de separación de la cafeína, además de tener en cuenta los criterios económicos y de accesibilidad, hay que atender a dos tipos de consideraciones: unas tienen que ver con las propiedades físicas y estructurales de las moléculas que se pretende separar, o de las características de la matriz en que se encuentran; otras se derivan de los objetivos del análisis (sensibilidad, resolución, tiempo de análisis, necesidad de una detección específica).

El método de selección incluye los pasos necesarios para la obtención, preparación y posible fraccionamiento de la muestra, la aplicación de la técnica analítica adecuada y el tratamiento de los datos obtenidos.

Las técnicas analíticas más empleadas en la actualidad pueden englobarse en dos grandes grupos: técnicas de separación y técnicas espectroscópicas. Las técnicas espectroscópicas proporcionan, para cada compuesto analizado, una información compleja, relacionada con sus características estructurales específicas, por otro lado las técnicas de separación se utilizan para resolver los componentes de una mezcla y la señal obtenida puede utilizarse con fines analíticos cuantitativos o cualitativos. En la actualidad, las separaciones analíticas se efectúan fundamentalmente por cromatografía y electroforesis.

La cromatografía no solo permite la separación de los componentes de una mezcla, sino también su identificación y cuantificación. El análisis cualitativo está basado en la medida de parámetros cromatográficos (tiempos y volúmenes de retención) mientras que el análisis cuantitativo está basado en la medida de alturas o áreas de picos cromatográficos que se relacionan con la concentración. La columna cromatográfica y la forma con la que se diseña, constituye el corazón de la separación. El detector, situado al final de la columna es el que garantiza la respuesta de los componentes que se separan.

La determinación de la cafeína se suele llevar a cabo mediante técnicas de separación como HPLC (Cromatografía líquida de alta eficiencia), CE (Electroforesis capilar), TLC (Cromatografía de capa fina) o GC (Cromatografía de gases). Estos métodos realizan la detección mediante técnicas electroquímicas (potenciométricas, conductimétricas, amperométricas, etc.), ópticas (espectrofotométricas, fluorimétricas, etc.) y otras (termoquímicas). La elección de una u otra técnica depende del problema a resolver, del volumen de muestra y de su concentración.

10.1. Métodos cromatográficos

La cromatografía es un método de separación y análisis basado en el uso de una fase estacionaria y una móvil. Los componentes de una muestra se hacen pasar por una fase estacionaria mediante el flujo de una fase móvil de manera que las sustancias se distribuyen entre las dos fases; aquellos solutos cuya relación de distribución sea favorable a la fase estacionaria quedan retenidos por ésta, mientras que los solutos que se encuentran preferentemente en la fase móvil serán los primeros en arrastrar. De esta forma los solutos serán separados en orden creciente a sus coeficientes de distribución con respecto a la fase estacionaria. El conjunto de técnicas que se valen de una fase móvil que se desplaza a lo largo del sistema y una fase estacionaria que permanece fija reciben el nombre de cromatografía.

Los métodos cromatográficos pueden ser clasificados:

1. Según el dispositivo utilizado para conseguir poner en contacto la fase estacionaria y fase móvil:
 - Cromatografía en columna: consiste en columnas huecas de longitud y diámetro variable en cuyo interior hallamos la fase estacionaria. La fase móvil se hace pasar por ellas ya sea por gravedad o aplicación de presión.
 - Cromatografía plana: la fase estacionaria se encuentra sujeta por una placa plana o en papel (cromatografía en capa fina y en papel, respectivamente) y la fase móvil se desplaza por ella mediante capilaridad o influenciada por la gravedad.
2. Según los estados de las fases implicadas, en especial de la fase móvil:
 - Cromatografía de gases:
 - gas-líquido
 - gas-sólido
 - Cromatografía de líquidos:
 - líquido-sólido
 - líquido-líquido
 - intercambio iónico
 - exclusión molecular
 - Cromatografía de fluidos supercríticos (cualquier sustancia que se halle en condiciones de presión y temperatura superiores a su punto crítico).
3. Según el mecanismo de interacción del soluto con la fase estacionaria:
 - Cromatografía de adsorción: el soluto presente en una fase móvil líquida o gaseosa se adsorbe a las partículas sólidas de la fase estacionaria. La

separación de los diferentes solutos se debe al equilibrio entre las fases estacionaria y móvil.

- Cromatografía de reparto: se vale de una fase estacionaria líquida que forma una película sobre un soporte sólido. La distribución del soluto viene dada por el equilibrio entre la fase estacionaria y móvil.
- Cromatografía de intercambio iónico: consiste en hacer pasar una fase móvil líquida sobre una fase estacionaria que presenta grupos iónicos en su superficie de modo que los iones de signo opuesto quedarán retenidos por fuerzas electrostáticas.
- Cromatografía de exclusión molecular: Se basa en la habilidad de materiales de porosidad controlada para separar los componentes de una mezcla de acuerdo al tamaño y forma de las moléculas.
- Cromatografía de afinidad: emplea interacciones específicas entre una clase de moléculas de soluto y una segunda molécula unida covalentemente a la fase estacionaria.

Tabla 9. Clasificación de los métodos cromatográficos

Tipo	Fase estacionaria	Fase móvil	Interacción
Absorción	Sólido	Líquido-gas	Fuerzas Van der Waals
Cambio iónico	Resina	Líquido	Fuerzas electrostáticas
Exclusión	Gel	Líquido	Tamaño de la partícula
Afinidad	Sólido	Líquido	Intercambio de biomoléculas
Partición	Líquido	Líquido-gas	Solubilidad

Las únicas sustancias que no pueden ser examinadas por cromatografía son las insolubles y aquellas que se descomponen con el solvente o con la fase estacionaria.

Dentro de las técnicas cromatográficas no se incluyen los métodos que utilizan campos eléctricos para separar moléculas cargadas, métodos que se denominan electroseparaciones, electromigraciones o electroforesis.

El proceso cromatográfico, aparentemente simple, es en realidad una compleja unión de fenómenos tales como hidrodinámica, cinética, termodinámica, química de superficie y difusión. Hasta la fecha se han propuesto muchas teorías, que incluyen complejos matemáticos para poder explicar el comportamiento de los solutos en las columnas cromatográficas.

10.1.1. Cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC)

La cromatografía de líquidos, hoy en día, es la técnica de separación más ampliamente utilizada. Las razones de su popularidad las encontramos en su

sensibilidad, su fácil adaptación a las determinaciones cuantitativas, su idoneidad para la separación de especies no volátiles o termolábiles y, sobre todo, su gran aplicabilidad a sustancias que son de primordial interés en la industria, en muchos campos de la ciencia y para la sociedad en general.

En la cromatografía líquida los componentes de una mezcla son llevados través de una fase estacionaria fijada dentro de una columna mediante el flujo de una fase móvil líquida. Las separaciones están basadas en las diferencias de la velocidad de migración entre los componentes de la muestra, que vienen condicionadas por la naturaleza de los analitos y su interacción con las fases.

La HPLC (High Performance Liquid Chromatography) o cromatografía líquida de alta resolución, es una técnica cromatográfica usada para separar componentes usando una variedad de interacciones químicas entre el analito y la columna cromatográfica.

Se lleva a cabo una cromatografía líquida en fase normal cuando la fase estacionaria es relativamente polar y la fase móvil es relativamente apolar. Pero, se efectúa una cromatografía en fase inversa cuando la fase estacionaria es relativamente apolar y la fase móvil es relativamente polar.

Hay cuatro tipos básicos de cromatografía en los que la fase móvil es un líquido:

- Cromatografía de reparto, para especies poco polares pero no iónicas de masa molecular menor de 104 g/mol.
- Cromatografía de adsorción o cromatografía líquido-sólido, para especies no polares, isómeros estructurales y grupos de compuestos de masa molecular menor de 104 g/mol.
- Cromatografía de intercambio iónico, para especies iónicas de masa molecular menor de 104 g/mol.
- Cromatografía de exclusión por tamaño o cromatografía en geles, para solutos con masa molecular mayor de 104 g/mol.

Las columnas de HPLC estas hechas de acero inoxidable, con un diámetro interno de 2-5 mm y una longitud variable de 10 a 30 cm, dependiendo del diámetro de las micropartículas que contiene la columna (fase estacionaria), que puede ser de 3-10µm. Como cierre de las columnas se utilizan placas filtrantes de acero que no dejan escapar las micropartículas de la columna. En muchos casos se utiliza una precolumna para eliminar contaminantes y partículas de polvo.

La mayor parte de los instrumentos comerciales modernos están equipados con calentadores de columna, que controlan la temperatura desde la cercana al ambiente hasta 150 °C. Manteniendo la temperatura constante se obtienen mejores cromatogramas.

Este es un esquema del conjunto de componentes fundamentales necesarios para la cromatografía líquida:

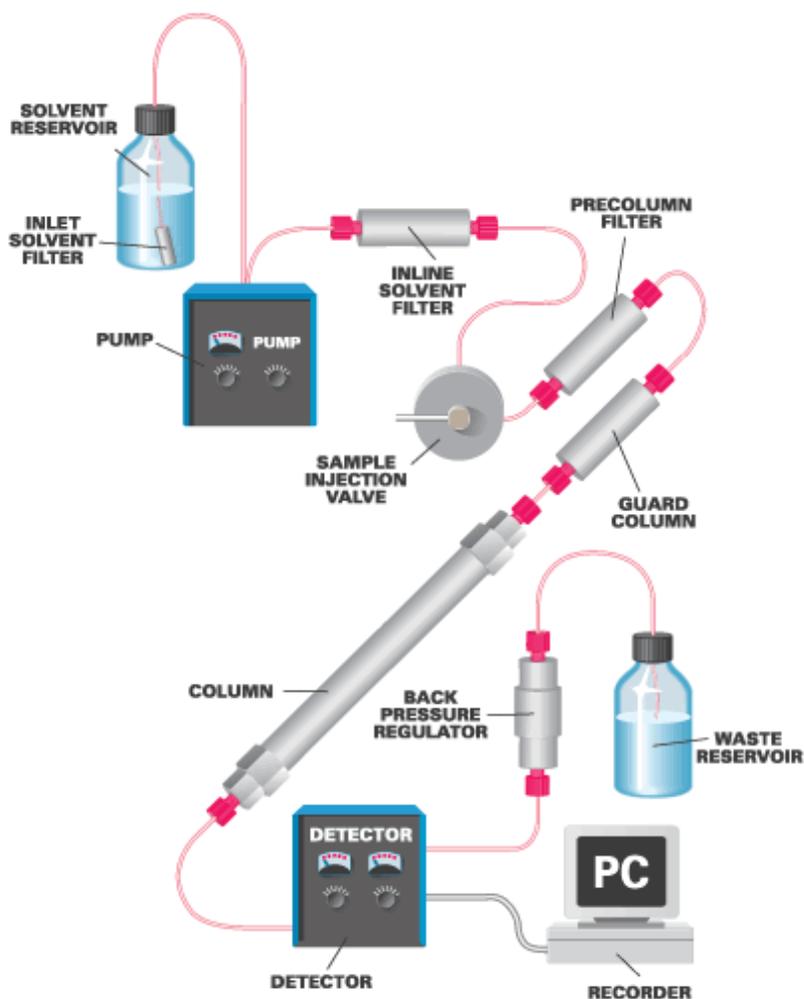


Figura 22. Esquema de un HPLC

Para HPLC se emplean distintos detectores dependiendo de la naturaleza de la muestra.

- Detectores selectivos: responden a una propiedad del soluto en disolución. Son los detectores ultravioleta/visible (UV/Vis), detector de fluorescencia y detector electroquímico. El más utilizado es el UV/Vis, (también puede clasificarse como detector universal) sobre todo el espectrofotómetro, que registra sustancias que absorben la radiación ultravioleta o visible. Los hay muy sensibles, son relativamente independientes de las oscilaciones de temperatura y se pueden utilizar en la elución en gradiente.
- Detectores universales: responden cuando una propiedad de la fase móvil es cambiada por la presencia de un soluto. Son el detector del índice de refracción (RI) y el detector de conductividad. El más utilizado es el detector RI, que registran todas aquellas sustancias que presenten un índice de refracción distinto al de la fase móvil pura. La señal será tanto mayor cuanto mayor sea la diferencia en el índice de refracción. Es necesario un control estricto de la temperatura y no se pueden utilizar para separaciones por elución en gradiente.

10.1.2. Cromatografía de gases (GC)

Este tipo de cromatografía es una técnica que proporciona información tanto cuantitativa como cualitativa, válida para la separación de casi todo tipo de compuestos, siempre que tenga diferente volatilidad. La idea de esta técnica se basa en la volatilización de la muestra y su posterior inyección en la cabeza de una columna cromatográfica. Para la elución de la muestra se usa un gas inerte como fase móvil, de esta manera la fase móvil no interacciona con las moléculas del analito, simplemente transporta el analito a través de la columna.

La cromatografía en fase gaseosa es un procedimiento para la separación de compuestos volátiles, que fluyen en una corriente gaseosa a través de una fase estacionaria fijada a un tubo largo y fino. El gas portador (inerte, por ej., nitrógeno, helio, hidrógeno y argón) transporta una muestra representativa de la sustancia inyectada.

En una separación se parte de la base, de que cada componente será disuelto o adsorbido por la fase estacionaria. Los distintos componentes serán retenidos por esta fase con mayor o menor fuerza y alcanzarán correspondientemente el final de la columna, donde se encuentra el detector, después de un tiempo de flujo de gas portador más o menos largo.

Existen dos tipos de cromatografía de gases (GC):

- Cromatografía gas-sólido (GSC): la fase estacionaria es sólida y la retención de los analitos se produce mediante adsorción.
- Cromatografía gas-líquido (GLC): la fase estacionaria son moléculas de líquido inmovilizadas sobre la superficie de un gas inerte. Esta es la que se usa más ampliamente.

GSC la fase estacionaria es sólida y la retención de los analitos en ella se produce mediante el proceso de adsorción. Precisamente este proceso de adsorción, que no es lineal, es el que ha provocado que este tipo de cromatografía tenga aplicación limitada, ya que la retención del analito sobre la superficie es semipermanente y se obtienen picos de elución con colas. Su única aplicación es la separación de especies gaseosas de bajo peso molecular.

La GC es un sistema compuesto de gas portador, sistema de inyección de muestra, columna (generalmente dentro de un horno), y detector.

La cromatografía de gases es más compleja pero la base es la misma de todas las cromatografías. Los componentes de la muestra se mueven a distinta velocidad por la columna. Para percibir los componentes de la muestra en el cromatógrafo se incorpora un detector (sistema que aprovecha alguna propiedad de las sustancias para ser detectada). El detector va unido a un registrador que traduce la señal.

Los componentes básicos de un cromatógrafo de gases:

1. Un suministro y una entrada de gas portador (eluyente)
2. Puerto de inyección. Se inyecta la mezcla que se pretende separar.
3. Columna, en esta va colocado el adsorbente cuya función es retener las sustancias que se quieren separar. Normalmente localizada en el interior de una cámara termostaticada (horno).

4. Detector. Se aprovecha alguna propiedad de la sustancia para generar una señal. Los hay de varios tipos dos muy utilizados son:

a) Detector de Conductividad Térmica (TCD)

La transferencia de calor en los gases puede entenderse, basándonos en la teoría de la cinética molecular de los gases, que esta relacionada con la velocidad media de las moléculas. Puesto que la velocidad es más grande para moléculas menos pesadas la transferencia de calor es inversamente proporcional a la masas moleculares del gas.

b) Detector de Ionización de llama (FID).

En un detector de ionización de llama se añade hidrógeno gas al gas portador que sale de la columna. A continuación esta mezcla pasa a través del quemador y se mezcla con aire para que se produzca la combustión. Un FID responde proporcionalmente a número de grupos CH₂ que se introducen en la llama. No hay respuesta para carbonos completamente oxidados, p. ej. grupo carbonilo, carboxilo o éter. La respuesta para carbonos unidos a grupos hidroxilo y amino es inferior.

La insensibilidad del FID a la humedad (H₂O) y a algunos gases (CO, CO₂, CS₂, SO₂, NH₃, N₂O, NO, NO₂, SiF₄, y SiCl₄) puede ser una gran ventaja cuando sea necesario medir pequeñas trazas de material orgánico presentes en estos compuestos

5. Sistema computerizado para analizar, registrar e imprimir el cromatograma (registrador).

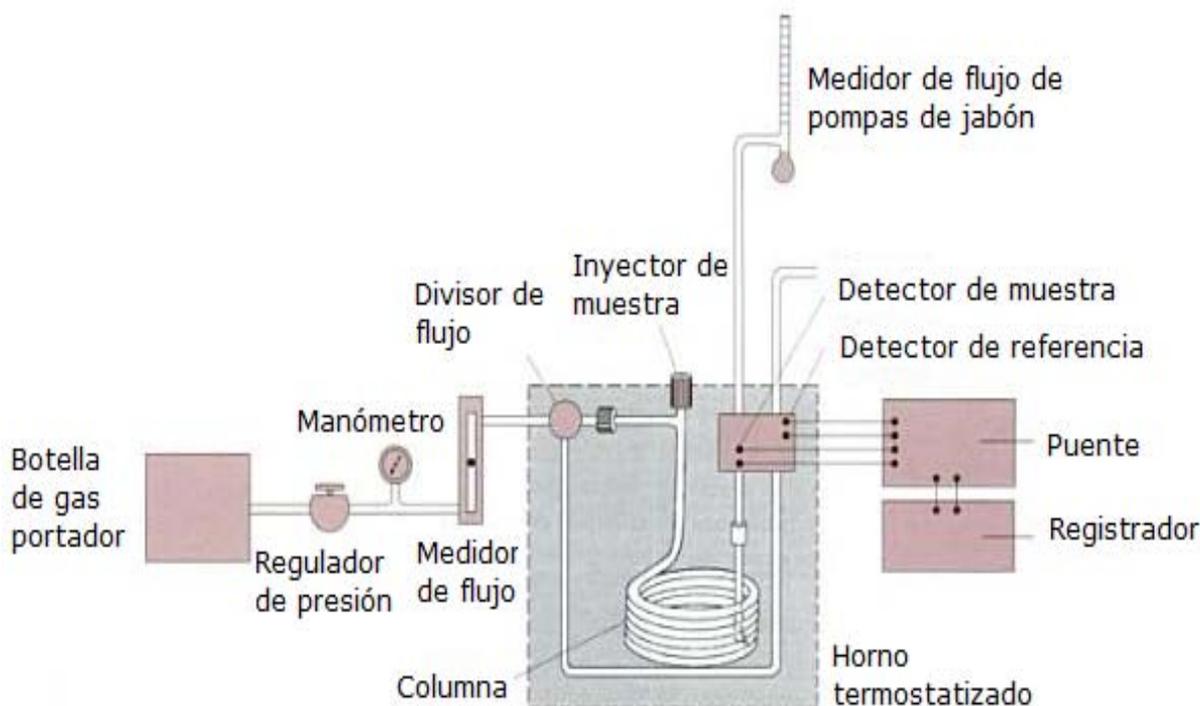


Figura 23. Esquema de un cromatógrafo de gases

10.1.3. Cromatografía en capa fina (TLC)

Es un procedimiento rápido y sencillo para separar mezclas de sustancias y para identificar/caracterizar o para determinar semicuantitativamente componentes individuales.

La cromatografía en capa fina se basa en la preparación de una capa, uniforme, de un adsorbente mantenido sobre una placa de vidrio u otro soporte. Los requisitos esenciales son: un adsorbente, placas de vidrio, un dispositivo que mantenga las placas durante la extensión, otro para aplicar la capa de adsorbente, y una cámara en la que se desarrollen las placas cubiertas. Es preciso también poder guardar con facilidad las placas preparadas y una estufa para activarlas.

La fase móvil es líquida y la fase estacionaria consiste en un sólido. La fase estacionaria será un componente polar y el eluyente será por lo general menos polar que la fase estacionaria, de forma que los componentes que se desplacen con mayor velocidad serán los menos polares.

La cromatografía en capa fina presenta una serie de ventajas frente a otros métodos cromatográficos (en columna, en papel, en fase gaseosa) ya que el utillaje que precisa es más simple. El tiempo que se necesita para conseguir las separaciones es mucho menor y la separación es generalmente mejor. Pueden usarse reveladores corrosivos, que sobre papel destruirían el cromatograma. El método es simple y los resultados son fácilmente reproducibles, lo que hace que sea un método adecuado para fines analíticos.



Figura 24. Esquema de cromatografía en capa fina

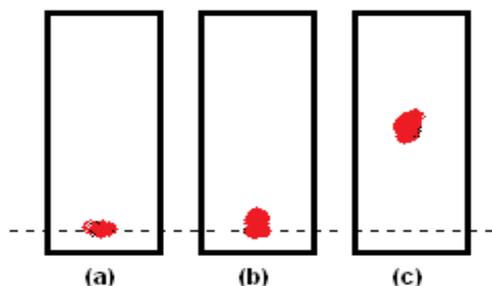
El eluyente, cuya composición depende de cada problema concreto, se pone en la cubeta cromatográfica por lo menos 30 minutos antes del principio de la separación hasta una altura de 0,5 cm. La cubeta se cerrará con su tapa para que se sature con los vapores del disolvente y se coloca en un lugar adecuado. Para que la saturación sea mejor, se recubre la cubeta con papel secante (se indicará en el protocolo en el caso que sea necesario).

Para desarrollar la placa, su extremo inferior se introduce en el diluyente y se vuelve a cerrar la cubeta inmediatamente. Para evitar eluciones, las manchas cargadas deberán estar completamente por encima del nivel de eluyente. El eluyente se ve impelido hacia arriba por capilaridad a través del recubrimiento. El recorrido será, dependiendo de la separación, de 5 a 15 cm máximo, y el

tiempo necesario dependerá del adsorbente, del espesor del mismo y de la composición del eluyente. El recorrido óptimo es por lo general de 10 cm.

Al realizar la elección del adsorbente se debe tener en cuenta el tamaño de las partículas del adsorbente, cuanto más finamente dividido esté mayor será su adhesión al soporte, aunque también se le puede añadir un adherente. Los adsorbentes más utilizados en cromatografía en capa fina, son el gel de sílice y la alúmina activada dependiendo su grado de adsorción del contenido en agua.

La elección del eluyente se realiza de forma empírica. Hay que estudiar la polaridad del componente y probar con eluyentes cada vez menos polares.



- a) Toque de la muestra sin aplicar ningún eluyente.
- b) Aplicando un eluyente poco polar.
- c) Aplicando un eluyente más polar.

Al aplicar en primer lugar eluyentes poco polares, podemos seguir utilizando la misma placa para aplicar otros eluyentes más polares, hasta dar con el más apropiado.

Otra técnica para realizar la elección del eluyente consiste en sembrar varias muestras distanciadas suficientemente, y aplicar con un tubo capilar distintos eluyentes sobre el centro de cada muestra. Esto permite desarrollar cada eluyente radialmente por capilaridad, de forma que se aprecie el eluyente con el cual la separación se realiza de una manera más eficaz.

Generalmente se utiliza como reactivo revelador yodo, el cual forma complejos coloreados con los componentes orgánicos (con tonos amarillo-marrón), pero las manchas desaparecen con el tiempo con lo que es conveniente señalar las manchas aparecidas. Otro reactivo revelador bastante utilizado es el ácido sulfúrico, que reacciona con los componentes orgánicos produciendo manchas negras. Sin embargo debe tenerse en cuenta que el tamaño de las manchas no está relacionado con la cantidad de componente separado.

Cuando son visibles, se puede determinar para cada una de las manchas el valor de R_f (factor de retención), o la distancia que cada compuesto se desplaza en la placa. Cada compuesto tiene un R_f característico que depende del disolvente empleado y del tipo de placa de TLC utilizada, pero es independiente del recorrido del disolvente. De esta manera se puede ayudar a identificar un compuesto en una mezcla al comparar su R_f con el de un compuesto conocido (preferiblemente cuando se hacen eluir en la misma placa de TLC).

$$R_f = \frac{Y}{X} \quad (2)$$

donde:

Y = distancia recorrida desde el origen por el compuesto

X = distancia recorrida desde el origen por el frente del eluyente

También se puede operar de la manera siguiente: Se selecciona un compuesto (X), que tenga una posición de desarrollo conveniente; todos los demás compuestos sobre la placa se relacionan con éste. De esta manera se tiene el, R_x , ya que:

$$R_x = \frac{Y}{X} \quad (3)$$

donde:

Y = distancia recorrida desde el origen por el compuesto

X = distancia recorrida desde el origen por el compuesto de referencia

Cada compuesto en unas condiciones cromatográficas determinadas: adsorbente, disolvente, temperatura, etc., tiene un valor constante y característico de R_f . Sin embargo, solo se pueden establecer comparaciones entre los R_f de dos compuestos cuando los dos se eluyen juntos en la misma placa. La distancia recorrida por el compuesto se mide desde el centro de la mancha.

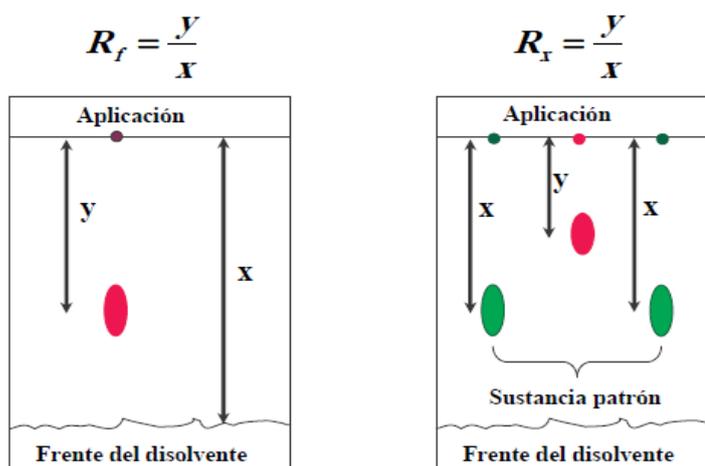


Figura 25. Determinación del R_f y R_x

La detección y localización de las manchas en la placa de TLC se hace observando los cambios en la fluorescencia, o absorción en el UV, de un indicador que se incorporó a la fase estacionaria. Los lugares en los que reside el soluto aparecen como manchas oscuras. También podemos observar el color de los compuestos después de reaccionar con reactivos específicos para grupos o metales, rociados sobre la placa, como la fluorescamina para aminas.

Existen instrumentos para determinar directamente la fluorescencia y/o color de las manchas en la placa. Los instrumentos deben ser capaces de cuantificar la medida sobre el área total de la mancha.

10.2. Métodos espectroscópicos

Los métodos espectroscópicos de análisis están basados en medidas de radiación electromagnética absorbida o emitida por las sustancias. En función de ello se clasifican fundamentalmente en:

- Métodos de absorción: Se basan en la disminución de la potencia de un haz de radiación electromagnética al interaccionar sobre una sustancia.
- Métodos de emisión: Se basan en la radiación que emite una sustancia cuando es excitada previamente por medio de otro tipo de energía.
- Métodos de fluorescencia: Se basan en la radiación que emite la sustancia cuando es excitada previamente por un haz de radiación electromagnética.

Otras clasificaciones de los métodos espectroscópicos se establecen en función de la región del espectro electromagnético que interviene en la técnica. Así, pueden usarse regiones como rayos X, UV, visible, infrarrojo, microondas, etc.

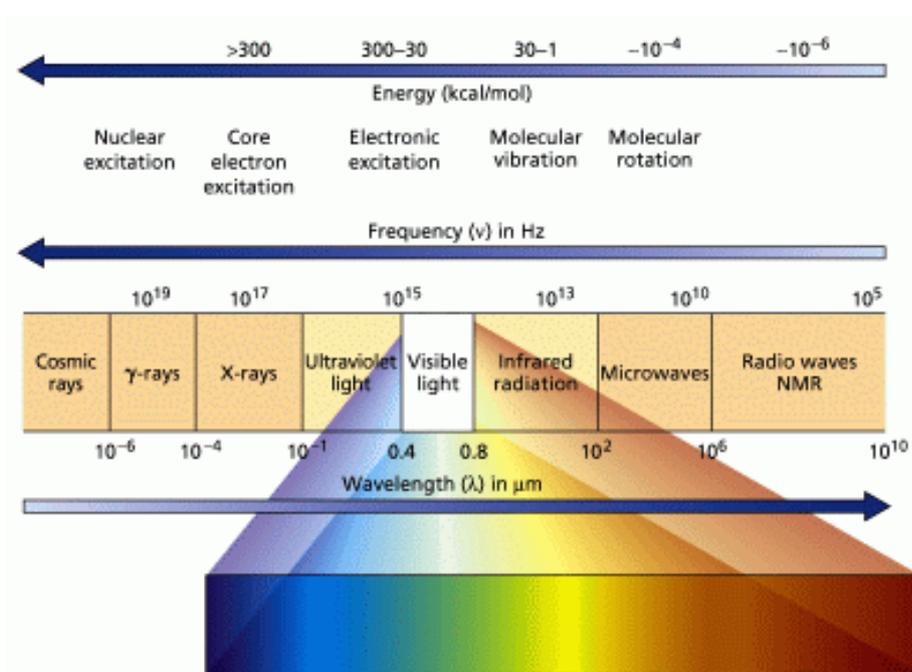


Figura 26. Espectro de ondas electromagnéticas

Aunque existen muchos tipos de espectroscopia, las más utilizadas en química orgánica se agrupan en cuatro categorías:

- espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN)
- espectroscopia de infrarrojo
- espectroscopia de ultravioleta
- espectrometría de masas.

10.2.1. Espectroscopia UV-Vis

La espectrofotometría de ultravioleta-visible es una técnica de medición de concentración de masa de elementos y compuestos químicos (análisis cuantitativo), cuyo principio es la interacción entre la energía electromagnética con la materia.

En forma más específica la espectrofotometría ultravioleta-visible se fundamenta en medir la radiación monocromática absorbida por un elemento ó molécula causante de desplazamientos electrónicos a capas superiores, estas transiciones determinan la región del espectro en la que tiene lugar la absorción.

La ley fundamental en la que se basan los métodos espectrofotométricos es la de Bouguer-Beer, Lambert y Beer y establece:

- a) La relación entre la intensidad de la luz transmitida o energía radiante I y la energía radiante incidente I_0 es una función del espesor de la celda b a través del medio absorbente, de acuerdo a:

$$A = a \cdot b \cdot c \quad (4)$$

donde:

A = absorbancia

b = espesor de la celda

a = absorptividad

c = concentración

A continuación se muestra el paso de la solución absorbente de concentración c .

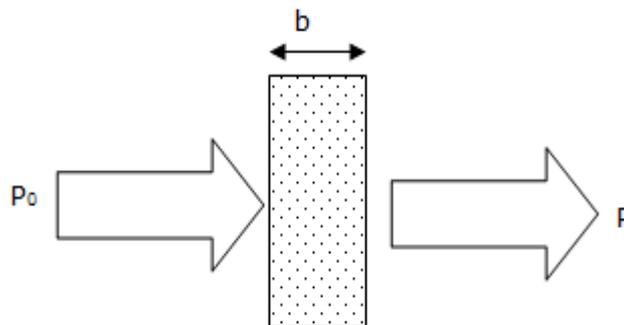


Figura 27. Absorción de radiación

La cantidad de energía electromagnética monocromática absorbida por un elemento es directamente proporcional a la concentración de la(s) especie(s) que absorbe(n) y a la longitud de la trayectoria de la muestra para un conjunto de condiciones instrumentales establecidas.

si $\alpha = \log(I_0/I)$ donde:

entonces $T = (I/ I_0)$ donde:

$$A = -\log T \quad (5)$$

$$A = -\log_{10} T = \log \frac{P_0}{P} \quad (6)$$

donde:

P_0 y P es la cantidad de energía radiante que incide en el detector por unidad de superficie y por unidad de tiempo

T = transmitancia

La absorción de energía en las regiones visibles y ultravioleta del espectro da como resultado una excitación electrónica. La región del visible se extiende desde 350 a 800 nm. La región ultravioleta abarca desde 100 a 200 nm y se divide en dos regiones diferentes: la región de ultravioleta lejano, que se extiende desde 100 a 200 nm y la llamada región del ultravioleta cercano que va desde 200 nm a 350 nm.

Los datos espectrales de absorción en el ultravioleta-visible se suelen presentar como gráficas de absorbancia o logaritmo del coeficiente de extinción frente a longitud de onda.

Los componentes principales de un espectrofotómetro Ultravioleta-Visible son:

- Fuente de radiación
- Monocromador
- Fotómetro
- Área de las muestras
- Detector

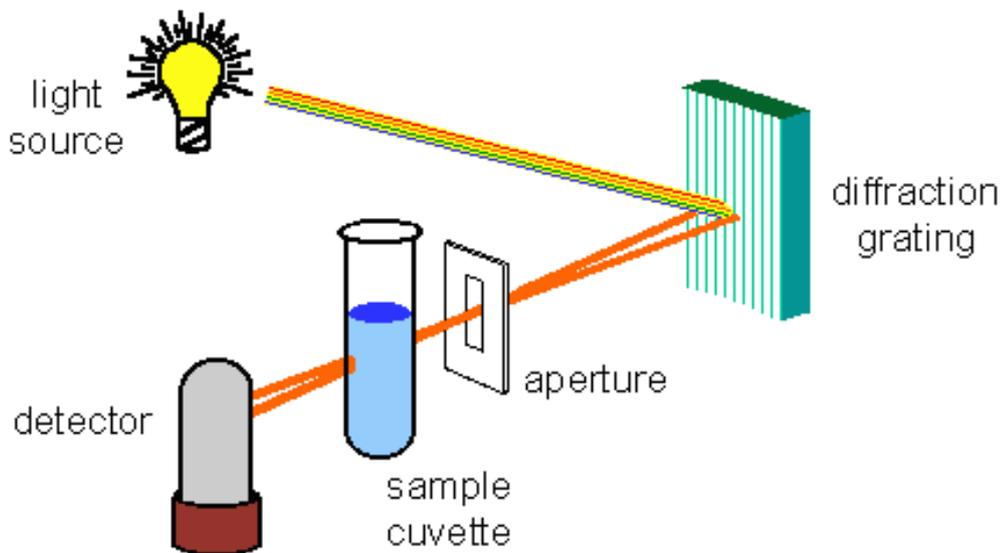


Figura 28. Componentes del espectrofotómetro Ultravioleta-Visible

10.2.2. Espectroscopia IR

Es una técnica analítica instrumental que permite conocer los principales grupos funcionales de la estructura molecular de un compuesto. Esta información se obtiene a partir del espectro de absorción de dicho compuesto al haberlo sometido a la acción de la radiación infrarroja en el espectrofotómetro.

La región del espectro IR normal queda comprendida entre $2,5 \mu$ a 15μ , medido en unidades de longitud de onda, que corresponde a 4000 cm^{-1} y 666 cm^{-1} respectivamente si se expresa en número de onda (que es el inverso de la longitud de onda, cm^{-1})

La radiación infrarroja no es suficientemente energética como para producir las transiciones electrónicas que se dan cuando se trata de radiaciones ultravioleta y visible.

La absorción de radiación infrarroja se limita así en gran parte a especies moleculares para las cuales existen pequeñas diferencias de energía entre los distintos estados vibracionales y rotacionales.

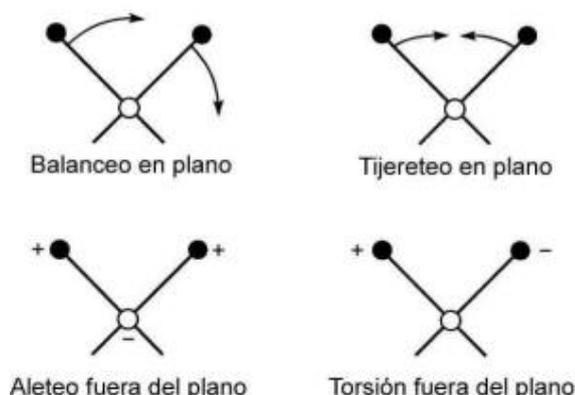
Para que esto ocurra tiene que suceder que las moléculas se exciten a un nivel energético superior, para lo que se debe dar dos casos:

1. La frecuencia debe ser igual a la diferencia entre dos niveles cuánticos diferentes.
2. Es necesario que exista un mecanismo físico adecuado que convierta la energía electromagnética en energía de rotación, la integración de la energía electromagnética y las cargas de los enlaces.

Las posiciones relativas de los átomos en una molécula no están exactamente fijas, sino que fluctúan continuamente como consecuencia de multitud de diferentes tipos de vibración. Para una molécula simple diatómica o triatómica es fácil definir el número y la naturaleza de tales vibraciones, y relacionarlas con las energías de vibración. Sin embargo con moléculas poliatómicas un análisis de esta clase se hace difícil no solo a causa del gran número de centros vibratorios, sino que ocurren interacciones entre varios centros que deben tomarse en consideración.

Pueden distinguirse 2 tipos básicos de vibraciones: de tensión y de flexión.

Las vibraciones de flexión se caracterizan por un cambio en el ángulo entre dos enlaces y son de cuatro tipos: de tijereteo, de balanceo, de aleteo y de torsión.



Una vibración de tensión supone un cambio continuo en la distancia interatómica a lo largo del eje del enlace entre dos átomos.



En una molécula que contiene más de dos átomos, pueden darse todos los tipos de vibraciones, además puede producirse una interacción o acoplamiento de las vibraciones si estas implican enlaces a un mismo átomo central, el resultado del acoplamiento es un cambio en las características de las vibraciones.

El espectro de infrarrojo de un compuesto es una representación gráfica de los valores de onda (μ) o de frecuencia (cm^{-1}) ante los valores de por ciento de transmitancia (%T). La absorción de radiación IR por un compuesto a una longitud de onda dada, origina un descenso en el %T, lo que se pone de manifiesto en el espectro en forma de un pico o banda de absorción.

El IR va equipado con una fuente de emisión de radiación infrarroja, que normalmente es en una barra de un material cerámico. La radiación emitida por esta fuente se divide en dos haces al atravesar una serie de espejos. De los dos haces uno de ellos pasa por una celda que contiene una disolución del compuesto orgánico (haz de la muestra) que se desea estudiar, mientras que el otro haz atraviesa una celda que sólo contiene el disolvente empleado (haz de referencia). Los dos haces se dirigen hacia un dispositivo que permite el pase alternativamente de un haz y luego del otro (interruptor rotatorio). El haz se dirige a la rejilla de difracción donde se separa en las longitudes de onda que lo componen (espectro de IR). Estas radiaciones, separadas por su valor de longitud de onda, pasan a través de una ranura y llegan al detector. El detector es una bobina de alambre cuya resistencia aumenta debido al calentamiento que produce la radiación incidente. Así pues, la resistencia del detector depende de la intensidad de la radiación.

La acción del interruptor rotatorio permite alternar la llegada al detector del haz de la muestra con la llegada del haz de referencia, pudiéndose comparar estas señales mediante una serie de circuitos eléctricos. Como la absorción por el disolvente es la misma en ambas celdas el efecto de éste se puede restar y el registrador recibe sólo las señales debidas a la absorción de la muestra.

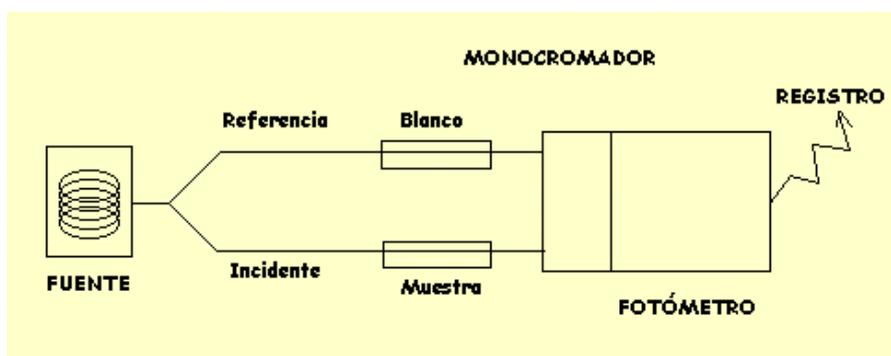


Figura 29. Esquema del espectrofotómetro IR

10.2.3. Espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN)

Un espectro de RMN puede utilizarse únicamente para estudiar núcleos atómicos con un número impar de protones o neutrones (o de uno y otro). Esta situación se lleva a cabo en los átomos de ^1H , ^{13}C , ^{19}F y ^{31}P . Este tipo de núcleos son magnéticamente activos, es decir poseen espín, igual que los electrones, ya que los núcleos poseen carga positiva y tienen un movimiento de rotación sobre un eje que hace que se comporten como si fueran pequeños imanes.

Con esta información y con la determinación de sus constantes físicas y análisis elemental se puede deducir normalmente la estructura del esqueleto molecular (determinar la estructuras de los compuestos orgánicos).

Al tener una muestra formada por numerosos núcleos, los momentos de estos tendrán una distribución aleatoria o al azar; pero si se someten dichos núcleos a un campo magnético estos tenderán a orientarse en él y tendrán dos posibles estados:

- Alineados con él (los núcleos con espín positivo se orientan en la misma dirección del campo, estado α , que es más estable o de menor energía).
- Opuestos a él (los núcleos con espín negativo se ponen en dirección opuesta a la del campo magnético estado β , en un estado menos estable o de mayor energía).

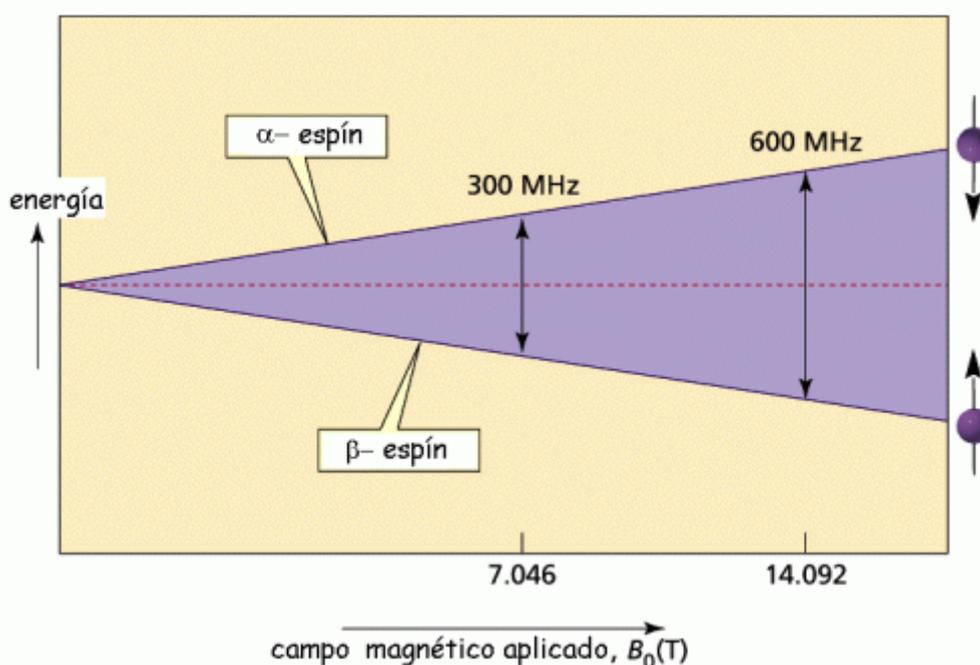


Figura 30. Estado del espín α y β

Existen más núcleos en el estado de espín α que en el β pero aunque la diferencia de población no es enorme sí que es suficiente para establecer las bases de la espectroscopia de RMN.

Una muestra que contiene un compuesto orgánico es irradiada momentáneamente por un pulso de radiación, esta radiación esta ubicada en la

región de las radiofrecuencias (R_f) del espectro electromagnético y los núcleos en el estado de espín α son promovidos al estado de espín β . Esta radiación se denomina radiación R_f . Cuando los núcleos regresan a su estado inicial emiten señales cuya frecuencia depende de la diferencia de energía (ΔE) entre los dos estados de espín α y β . El espectrómetro de RMN detecta estas señales y las registra como una gráfica de frecuencias frente a intensidad, que es el llamado espectro de RMN. Los núcleos pasan de un estado de espín a otro como respuesta a la radiación R_f a la que son sometidos, por lo que están en resonancia con la radiofrecuencia o la radiación R_f .

La diferencia de energía entre los dos estados de espín α y β , depende de la fuerza del campo magnético aplicado H_0 . Cuanto mayor sea el campo magnético, mayor diferencia energética habrá entre los dos estados de espín. En la siguiente gráfica se representa el aumento de la diferencia energética entre los estados de espín con el aumento de la fuerza del campo magnético.

Cuanto mayor sea el campo magnético (H_0), mayor diferencia energética habrá entre los dos estados de espín. La siguiente ecuación muestra la dependencia entre la frecuencia de la señal y la fuerza del campo magnético H_0 .

$$\Delta E = h \cdot \nu \tag{7}$$

$$E = -\mu_{H_0} \cdot H_0 \tag{8}$$

$$\Delta E = h \nu = h \frac{\gamma}{2\pi} H_0 \tag{9}$$

Hoy en día los espectrómetros de RMN trabajan a 200,300, 400, 500 y 600 MHz.

El espectrómetro de RMN consta de cuatro partes:

1. Imán estable con controlador: produce un campo magnético preciso.
2. Transmisor de radiofrecuencias: emite frecuencias precisas.
3. Detector: mide la absorción de energía de radiofrecuencia de la muestra.
4. Ordenador y registrador: efectúan las gráficas que crea el espectro de RMN.

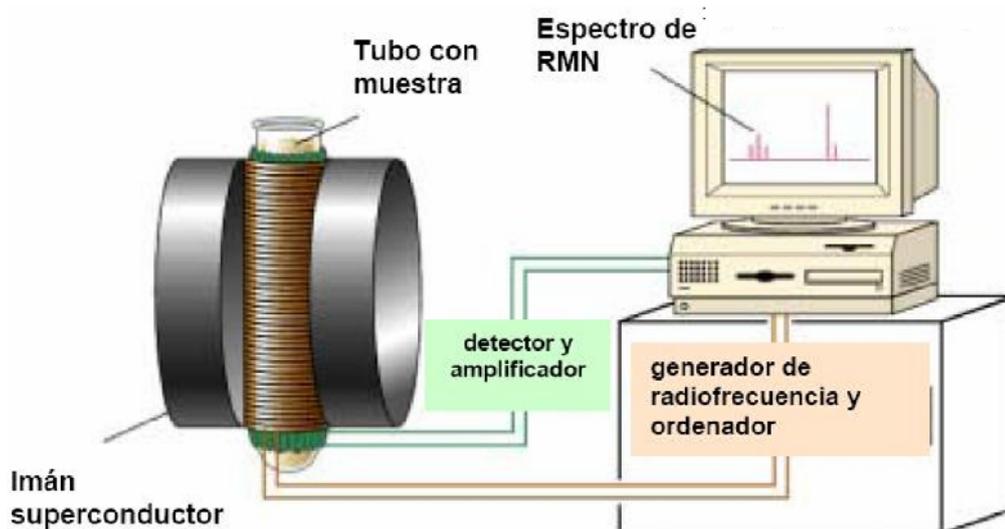


Figura 31. Espectrómetro de resonancia magnética nuclear

10.3. Electroforesis capilar

La electroforesis ha sido definida como el movimiento o desplazamiento diferencial de especies cargadas (iones), sustancias neutras o migración pasiva, por atracción o repulsión en un campo eléctrico a través de una matriz porosa, la cual finalmente las separa por tamaños moleculares y carga eléctrica, dependiendo de la técnica que se use.

La técnica clásica utiliza una tira recubierta de una sustancia porosa impregnada de un electrolito. Sus extremos se sumergen en dos depósitos independientes que contienen ambos al electrolito y están unidos a los electrodos del generador de corriente. La muestra se deposita en forma de un pequeño trazo transversal en la tira. La distancia de migración se mide en relación un marcador interno. Las placas son reveladas con sales de plata, azul de Coomassie, o reactivos en particular.

La electroforesis capilar (CE) es una técnica de separación que se ha desarrollado gracias a los avances de la cromatografía líquida de alta eficacia junto con los procedimientos más tradicionales de electroforesis. Esta técnica permite separar bastante bien biomoléculas, donde la cromatografía líquida se muestra menos eficaz, y compuestos de pequeña masa molecular, difíciles de estudiar por los procedimientos clásicos de electromigración en soporte.

La electroforesis capilar constituye una adaptación particular de la técnica de electroforesis. Esta técnica separativa se basa en la migración de las especies de la muestra en disolución, portadoras de una carga eléctrica global, bajo el efecto de un campo eléctrico y en contacto con un soporte (medio de desplazamiento) adecuado.

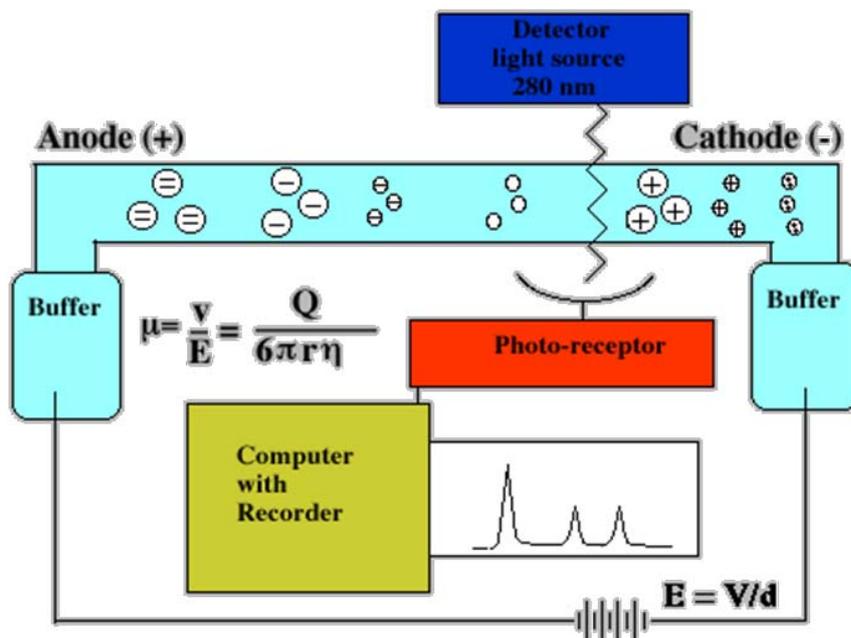


Figura 32. Esquema de fundamento de electroforesis capilar

En electroforesis capilar la tira se reemplaza por un tubo capilar abierto en sus extremos, fabricado con un diámetro pequeño (15 a 150 μ m). El capilar oscila entre 20 y 80cm, y está lleno de una solución buffer. Un detector se encuentra ubicado en un extremo del capilar, cerca del compartimiento catódico. La señal obtenida es la base de la obtención del electroferograma, que muestra el registro de la composición de la muestra. Solo las especies que se dirigen hacia el cátodo serán detectadas.

El aparato de electroforesis capilar esta constituido por una fuente de poder de alto voltaje (20 a 30 kv) y de 0 a 200 μ A, y un capilar de sílice de 25 a 75 μ m de diámetro interno y de 100 a 200 μ m de diámetro externo, el que puede estar refrigerado por aire o líquido por defecto de Peltier. Los electrodos de platino se encuentran ubicados en el recipiente que contiene el buffer, que además de servir para su contacto recibe los extremos del capilar. El carrusel puede estar termostizado y contiene los buffers y las muestras. Con un movimiento de aumento y descenso puede enviar cada una de las soluciones empleadas en la corrida al capilar o a los recipientes electródicos. Los capilares de sílice (SiO_2) dejan pasar la luz ultravioleta visibles distintas longitudes de onda, generando por arreglos de diodos, los espectros para la identificación de los compuestos separados por electroforesis capilar.

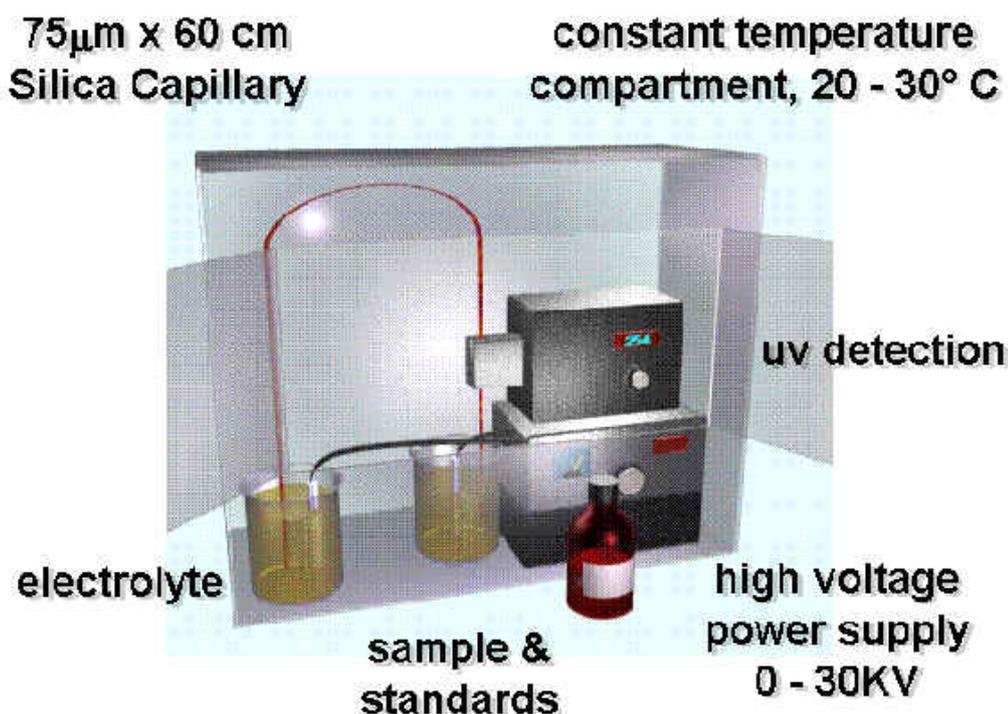


Figura 33. Esquema de equipo de electroforesis capilar

Una amplia variedad de detectores han sido desarrollados para la electroforesis capilar (incluyendo fluorescencia, electroquímica y conductividad) pero los detectores más usados comercialmente son los que emplean el ultravioleta y el UV visible.

Tipos de electroforesis capilar:

- **Electroforesis capilar en zona o en disolución libre (CZE)**

Es el procedimiento de electroforesis más habitual, en el cual el capilar es recorrido por el electrolito a través de un medio buffer que puede ser ácido (fosfato o citrato), básico (borato), o anfótero (carácter ácido y básico). El flujo electroosmótico crece con el pH del medio electroforético.

- **Electroforesis capilar electrocinética micelar (MEKC)**

En esta variante del procedimiento anterior se añade a la fase móvil un compuesto catiónico o aniónico para formar micelas cargadas. Estas pequeñísimas gotitas inmiscibles con la disolución retienen a los compuestos neutros de un modo más o menos eficaz, por afinidad hidrófila-hidrófoba. Se puede utilizar este tipo de electroforesis para moléculas que tienen tendencia a migrar sin separación, como es el caso de algunos enantiómeros.

- **Electroforesis capilar en gel (CGE)**

Esta es la transposición de la electroforesis en gel de poliacrilamida o de agarosa. El capilar está relleno con un electrolito que contiene al gel. Se produce un efecto de filtración que ralentiza a las grandes moléculas y que minimiza los fenómenos de convección o de difusión. Los oligonucleótidos, poco frágiles, se pueden separar de este modo.

- **Isoelectroenfoque capilar (CIEF)**

Esta técnica, también conocida como electroforesis en soporte, consiste en crear un gradiente de pH lineal en un capilar con pared tratada que contiene un anfótero. Cada compuesto migra y se enfoca al pH que tenga igual valor que su punto isoeléctrico (al pI su carga neta es nula). Seguidamente, bajo el efecto de una presión hidrostática y manteniendo el campo eléctrico, se desplazan las especies separadas hacia el detector. Las altas eficiencias obtenidas con este procedimiento permiten separar péptidos con pI que apenas difieren entre sí 0.02 unidades de pH.

10.4. Potenciometría

La potenciometría es una técnica electroanalítica con la que se puede determinar la concentración de una especie electroactiva en una disolución empleando un electrodo de referencia (un electrodo con un potencial constante con el tiempo y conocido) y un electrodo de trabajo (un electrodo sensible a la especie electroactiva). Es el único método electroquímico en el que se mide directamente un potencial de equilibrio termodinámico y en el cual esencialmente no fluye corriente neta.

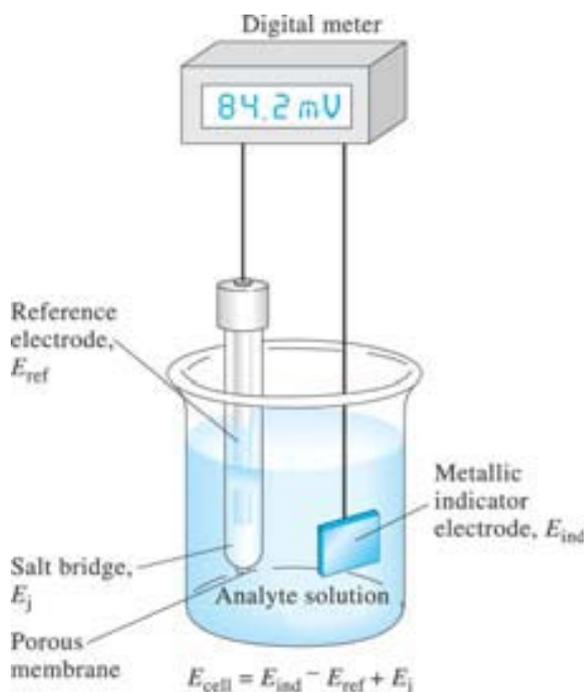


Figura 34. Instrumento potenciométrico

En química analítica, los electrodos son diseñados para operar en condiciones controladas, que permitan predecir, explicar, y reproducir las variables eléctricas implicadas en las reacciones electroquímicas por medio de modelos teóricos y de la ecuación de Nernst o una modificación de ella (ya que nos relaciona la actividad de un analito con el potencial).

Es conveniente recordar la ecuación de Nernst para explicar los electrodos. Los potenciales electroquímicos de las disoluciones dependen de las actividades de los solutos que las componen y de una serie de condiciones estándar:

$$E = E^0 - \frac{RT}{nF} \ln \cdot K_{act} \quad (10)$$

donde:

R=cte de los gases (8,3145 J/K·mol)

T=temperatura el Kelvin

F= Faraday (96485 culombios·mol⁻¹)

E= potencial electroquímico

N= número de electrones transferidos

E⁰= potencial estándar

Si sustituimos T por 25 °C (298 K), el ln se sustituye por logaritmo decimal quedando la siguiente ecuación:

$$E = E^0 - \frac{0,059}{n} \log \cdot K_{act} \quad (11)$$

La disolución desconocida está en una semicélula (o electrodo) y para medir su potencial necesitamos otra semicélula que nos sirva de referencia, tiene que ser estable. En una celda potenciométrica se diferencian las siguientes partes:

1. Puente salino (E_j): Impide que se pongan en contacto los componentes del analito con el E_{ref} . El cloruro potásico es un electrolito para el puente salino muy adecuado ya que los iones K^+ y Cl^- presentan una movilidad muy parecida. Por tanto, el potencial neto a través del puente salino es de unos pocos milivoltios, en ocasiones es tan pequeño que puede despreciarse.
2. Electrodo auxiliar (E_{aux}): Se emplea cuando hay presencia de e^- , y así cerrar el circuito entre el electrodo indicador y este electrodo auxiliar. Los electrodos formados por interfases líquidas requieren la utilización de estos.
3. Electrodo de referencia (E_{ref}): Un electrodo de referencia posee un potencial conocido, constante y completamente insensible a la composición de la solución en estudio. Debe ser fácil de montar, proporcionar potenciales reproducibles y tener un potencial sin cambios con el paso de pequeñas corrientes. Por conveniencia se acepta que este electrodo es el ánodo. Se pueden diferenciar distintos tipos:
 - Electrodo de hidrógeno: Se usa poco como E_{ref} en las medidas potenciométricas cotidianas, ya que su empleo y mantenimiento es algo problemático. El potencial del electrodo normal de hidrógeno es cero para todas las temperaturas. Es importante porque se utiliza como referencia para medir el potencial estándar de las demás semirreacciones.

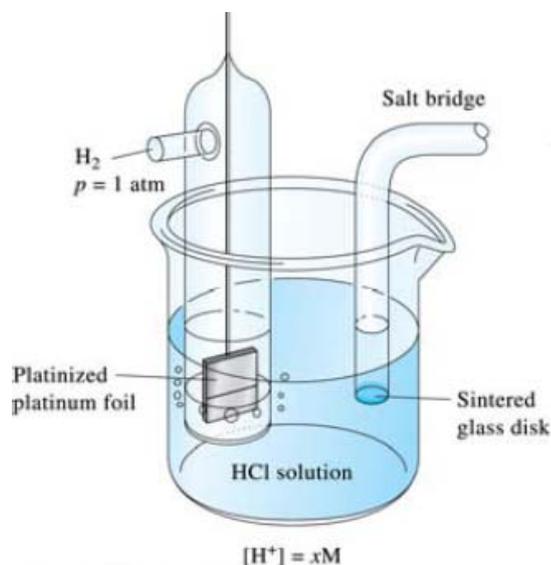
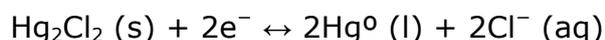


Figura 35. Electrodo estándar de hidrógeno

- Electrodo de referencia de Calomelanos: Es el más empleado debido a su fácil preparación. Se basan en el par redox formado por Hg_2Cl_2 y Hg . Tiene lugar la siguiente ecuación:



Cuyo potencial de electrodo depende solo de la ecuación de Cl^- . Cuando la disolución de Hg_2Cl_2 presente KCl , se deposita en forma de cristales y esto es lo que se conoce como Electrodo de Calomelanos Saturado (ECS). Ofrece la ventaja de que el Cl^- , y por tanto, el potencial del electrodo se mantienen constantes. El potencial del ECS varía con la temperatura, a 25 °C el potencial del ECS es de 0,2444 V.

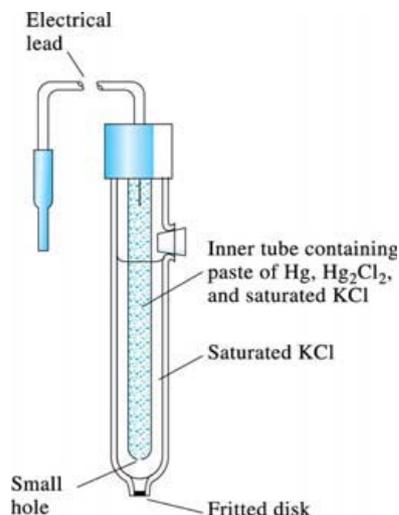


Figura 36. Electrodo de referencia de Calomel típico

- Electrodo de referencia de plata/cloruro de plata: La semirreacción que tiene lugar es:



por tanto, el potencial del electrodo Ag/AgCl depende también de la concentración de Cl^- . También puede prepararse una disolución de KCl saturada que será por tanto más sensible a la temperatura pero a su vez más favorable. El potencial de este electrodo a 25 °C es de 0,199 V.

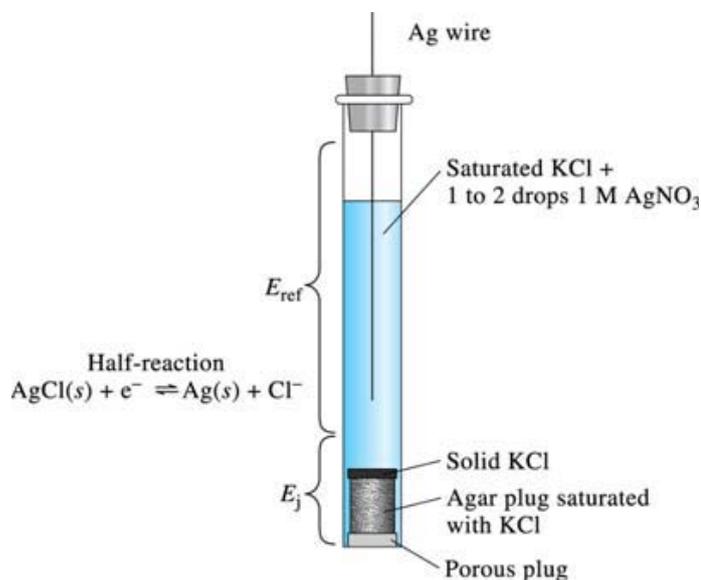
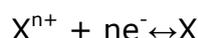


Figura 37. Electrodo de Plata-Cloruro de Plata

4. Electrodo indicador o de trabajo (E_{ind}): Junto con el electrodo de referencia se utiliza un electrodo indicador cuya respuesta depende de la concentración del analito. Un electrodo indicador no es absolutamente específico en su respuesta aunque muchos son selectivos. Los hay de tres tipos: metálicos, de membrana, y los transistores de efecto de campo sensible a iones.
- Electrodo indicadores metálicos: Se dividen en electrodos de primera especie, electrodos de segunda especie y electrodos de reducción-oxidación (redox) inertes.

Un electrodo de primera especie, es un electrodo metálico puro que está en equilibrio directo con su catión en la disolución, por ejemplo:



para el cual E_{ind} se calcula mediante la ecuación de Nernst, E° toma el valor de una constante K (en todas las ecuaciones de electrodos indicadores) que abarca el potencial en condiciones normales, quedando la siguiente fórmula:

$$E = E^{\circ} - \frac{0,059}{n} \log \cdot K_{act} \quad (12)$$

Estos sistemas no se utilizan mucho en medidas potenciométricas por varias razones. Una de ellas es que estos electrodos no son muy selectivos y responden a otros cationes cuya reducción sea más fácil.

Un electrodo de segunda especie, responde a sus propios cationes y también a las actividades de aniones que forman precipitados poco solubles o complejos estables con esos cationes. Para calcular su E_{ind} también se utiliza la ecuación de Nernst aunque el término logarítmico es opuesto al de un electrodo de primera especie.

Y por último los electrodos metálicos inertes para sistemas redox, en el que el electrodo metálico sufre un cambio en el estado de oxidación. El potencial del electrodo suele responder a la concentración de más de un ión, lo que limita su utilidad en potenciometría directa. En este caso el término logarítmico también es negativo.

Electrodos Indicadores de Membrana: Desde hace muchos años, el método más adecuado para la medida del pH consiste en medir el potencial que se desarrolla a través de una membrana de vidrio que separa dos soluciones con diferente concentración de ion hidrógeno. Además, actualmente se han desarrollado electrodos de membrana selectivos de iones (ISE) que permiten la cuantificación potenciométrica directa de varios iones, como por ejemplo, K^{+} , Na^{+} , Li^{+} , F^{-} , y Ca^{+2} .

Es conveniente clasificar los electrodos de membrana en base a la composición de dicha membrana.

a) Electroodos de membrana cristalina

- Cristal simple (Ejemplo: LaF_3 para determinar de F^-)
- Cristal policristalino o mezcla (Ejemplo: Ag_2S para determinar S^{-2} o Ag^+)

b) Electroodos de membrana no cristalina

- Vidrio (Ejemplo: vidrios al silicato para determinar H^+ y cationes monovalentes como Na^+)
- Líquida (Ejemplo: intercambiadores de iones líquidos para determinar Ca^{+2} y transportadores neutros para K^+)
- Líquido inmovilizado en polímero rígido (Ejemplo: matriz de PVC para determinar Ca^{+2} , NO^{-3})

Estos electroodos difieren en la composición física o química de la membrana. El mecanismo general por el cual se desarrolla un potencial selectivo al ion en estos elementos es independiente de la naturaleza de la membrana y es enteramente diferente de la fuente de potencial en electroodos de indicadores metálicos. Hemos visto que el potencial de un electrodo metálico surge de la tendencia de una reacción química de oxidación/reducción a ocurrir en la superficie de un electrodo. En electroodos de membrana, en cambio, el potencial observado es una clase de potencial de unión que se desarrolla a través de la membrana que separa a la solución del analito de una solución de referencia.

La utilización de métodos potenciométricos en la caracterización de sustancias a pesar de ser uno de los más usados por su rapidez y sencillas en el procedimiento, implica una serie de complejos estudios matemáticos y químicos para describir el comportamiento de los materiales empleados en la fabricación del instrumento con respecto a las soluciones de estudio.

CAPÍTULO 11: BIBLIOGRAFÍA

11.1. Bibliografía de Consulta

- Adams, Don, and Arlene Goldbard. *Creative community: the art of cultural development*. New York, NY: Rockefeller Foundation, Creativity & Culture Division, 2001.
- Alfredo Ara Roldán. *100 plantas medicinales escogidas*. Madrid, Editorial EDAF S. A., 1997.
- Alberto Ibarz Ribas. *Operaciones unitarias en la ingeniería de alimentos*. Madrid, Editorial Mundi-Prensa Libros, 2005.
- Alicia Lamarque. *Fundamentos teorico-practicos de quimica organica/ theoretical and practical organic chemistry*. Argentina, Editorial Brujas, 2008.
- Andrés Herrán Gómez. *Las fases tempranas de la ansiedad*. Barcelona, Editorial Elsevier Masson, 2007.
- Antonio Fuster Ortigosa. *Prácticas de química general*. Murcia, Editorial Universidad de Murcia, 1996.
- Astrid Nehlig. *Coffee, tea, chocolate, and the brain*. Philadelphia, Taylor & Francis, 2004.
- Barry D. Smith, Uma Gupta, Bhupendra S. Gupta. *Caffeine and activation theory: effects on health and behavior*. CRC Press; 1ª Edition, 2006.
- Bernat Cañigüeral, Salvador Vanaclocha. *Fitoterapia: vademécum de prescripción*. Barcelona, Editorial Masson, 4ª Edition, 2003.
- Brown, Cecelia M., and Lina Ortega. "Information-seeking Behavior of Physical Science Librarians: Does Research Inform Practice?" *College & Research Libraries* 66 (2005): 231-247.
- Carbado, Devon W. "Black Male Racial Victimhood." *Callaloo* 21, no. 2 (1998): 337-361. <http://www.jstor.org/> (accessed July 8, 2005).
- Carl L. Keen. *Theobroma Caco: Biology, Chemistry, and Human Health*. New York, editorial John Wiley & Sons Incorporated, 2009.
- Daniel C. Harris. *Análisis Químico Cuantitativo*. Barcelona, editorial Reverté, S.A., 2007.

- Daniel J. Pasto, Carl R. Johnson. Determinación de estructuras orgánicas. Barcelona, editorial Reverté, S.A., 1ª Edition, 1981.
- Diego Redolar Ripoll. Cerebro y adicción. Barcelona, editorial UOC S.L., 1ª Edición, 2005.
- Donald L. Pavia, Gary M. Lampman, George S. Kriz, Randall G. Engel, Fort Worth. Introduction to Organic Laboratory Techniques: Small-Scale Approach. Saunders College Publishers, 1998.
- Dueñas Laita. Intoxicaciones agudas en medicina de urgencia y cuidados críticos. Barcelona, Editorial Masson, 1999.
- Encarna Castillo García e Isabel Martínez Solís. Manual de fitoterapia. Barcelona, Editorial Elsevier Masson, 2007.
- Ellison, Jim. "Assessing the accessibility of fifty United States government Web pages: Using Bobby to check on Uncle Sam." First Monday, volume 9, number 7 (July 2004). <http://www.firstmonday.org> (accessed June 16, 2005).
- Frederic Rosengarten, Jr. The book of edible nuts. New York, editorial Dover Publications, Inc., 2004.
- Marie-Pierre Arvy, François Gallouin. Especies, Aromatizantes y Condimentos. Madrid, editorial Mundi-Prensa libros S.A. , 1ª Edición, 2006.
- Luis Bravo. Farmacognosia especial. Madrid, Editorial Elsevier España, 1ª Edition, 2003.
- Gabriel Rubio Valladolid, Mario Martínez Ruiz. Manual de drogodependencias para enfermería. Madrid, editorial Díaz de Santos, 1ª Edición, 2002.
- Gibaja Oviedo, Segundo. Pigmentos naturales quinónicos. Lima, Editorial Fondo, 1998.
- International Plant Genetic Resources Institute. Descriptores para el té (Camellia sinensis). Roma, editorial IPGRI, 1997.
- H.P. Rang. Farmacología. Barcelona, Editorial Elsevier España, S.A., 6ª Edition, 2008.
- Inmaculada Julián. Diccionario de química. Madrid, Editorial Complutense, 1999.
- Isidora Sanz Berzosa. Prácticas de química orgánica Experimentación y desarrollo: experimentación y desarrollo. Valencia, Ediatorial Politècnica de València, 1ª edición, 2002.
- Kenneth A. Connors. Curso de análisis farmacéutico. Barcelona, editorial Reverté, S.A., 1ª Edition, 1980.
- Jorge León. Botánica de los cultivos tropicales. Costa Rica, editorial Rosa Varas, 1ª Edición, 1987.
- Jordi carvajal, Manel esteller, Pere Gil, Olga Manrúbia, Jordi Salvador, Guzman Sevilla. Carvajal. La Cafeína. Barcelona, 1988.
- José Costa López. Curso de ingeniería química: introducción a los procesos, las operaciones unitarias y los fenómenos de transporte. Barcelona, editorial Reverté, S.A., 1991.
- José Bello Gutiérrez. Calidad de vida, alimentos y salud humana: fundamentos científicos. Madrid, editorial Díaz de Santos, 1ª Edición, 2005.
- Margarita Barretto. El mate : su historia y cultura. Buenos Aires, Ediciones del Sol S.R.L., 2006.
- María J. Climent Olmedo. Experimentación en química: química orgánica, ingeniería química. Valencia, editorial de la UPV, 2005.
- María L. Marín García. Bases químicas del medio ambiente: manual de laboratorio. Valencia, editorial de la UPV, 2004.
- Mary E. O'Brien, Arthur J. Roberts, Genell Subak-Sharp. Nutricéuticos: suplementos nutricionales, vitaminas, minerales oligoelementos, alimentos curativos. Barcelona, Editorial Robinbook, 2003.
- Michael E. Aulton. Farmacia: Ciencia y diseño de formas farmacéuticas. Madrid, Editorial Elsevier España, S.A., 6ª Edition, 2004.
- Nydam, Ronald J. Adoptees Come of Age: Living Within Two Families. Louisville, KY: Westminster John Knox Press, 1999. <http://www.netlibrary.com> (accessed July 8, 2005).
- Owen R. Fennema. Introducción a la ciencia de los alimentos, Volumen 1. Barcelona, Editorial Reverte, 2ª edición, 1982.

- Oberlin College. Conservatory of Music. Library. Mr. and Mrs. C. W. Best Collection of Autographs, in the Mary M. Vial Music Library of the Oberlin College Conservatory of Music. Oberlin, OH: Oberlin College Library, 1967.
- Ralph E. Tarter, Robert T. Ammerman, Peggy J. Ott. Handbook of substance abuse: neurobehavioral pharmacology. New York, Editorial Springer, 1998
- R.E. Dodd. Química inorgánica experimental: una guía de trabajo de laboratorio. Barcelona, Editorial Reverte, 1965.
- Rogelio Ocampo, Luz A. Ríos, Luz A. Betancur, Diana M. Ocampo. Curso práctico de química orgánica. Enfocado a biología y alimentos. Editorial Universidad de Caldas, 2008.
- Sharon M. Lewis. Enfermería medico quirúrgica. Madrid, Editorial Elsevier España, 6ª Edition, 2004.
- Shawn M. Talbott, Kerry Hughes. The Health Professional's Guide to Dietary Supplements. Philadelphia, Editorial Lippincott Williams & Wilkins, 2007.
- T.A. Geissman. Principios de química orgánica. Barcelona, Editorial Reverte, 2ª edición, 1973.
- Víctor Manuel Rodríguez Rivera, Edurne Simón Magro. Bases de la alimentación humana. España, Editorial Gesbiblo, S.L., 2008.

ÍNDICE DE ANEXO

Índice de anexo	109
Anexo 1: Procedimientos Normalizados de Trabajo (PNT's)	111
1.1. PNT-P-OBCATEER-00: Obtención de la cafeína del té	113
1.2. PNT-P-OBCACAER-00: Obtención de la cafeína del café	121
1.3. PNT-P-OBCAYMER-00: Obtención de la cafeína de la yerba mate	129
1.4. PNT-P-OBCARCER-00: Extracción de la cafeína en refrescos de cola	135
1.5. PNT-P-OBCABGER-00: Extracción de la cafeína en bebidas con guaraná.....	141
Anexo 2: Fichas de seguridad	149
2.1. FISQ: Acetona.....	151
2.2. FISQ: Cloroformo	155
2.3. FISQ: Sulfato de sodio anhidro	159
2.1. FISQ: Carbonato de sodio	161
2.2. FISQ: Éter de petróleo.....	167
Anexo 3: Diagrama de Gantt.....	173

**ANEXO 1:
PROCEDIMIENTOS
NORMALIZADOS DE
TRABAJO (PNT'S)**

EXTRACCIÓN DE LA CAFEÍNA DEL TÉ

PNT-P-OBCATEER-00

20-03-2010

- Realizado por: Silvia Calle Aznar y Anabel Rojo Ríos
- Revisado por: Eva María Carral Mahía
- Aprobado por: Núria Borràs Cristòfol

- Número de copias: 1
- Ubicación: Archivo del Departamento de Química

1.- OBJECTIVO

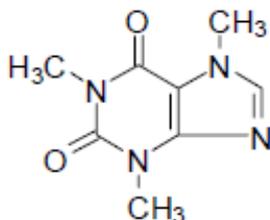
El objetivo de este PNT es la correcta separación de la cafeína del té por medio de extracción. Seguidamente, se realiza una purificación mediante la técnica de recristalización de un compuesto sólido.

2.- RESPONSABILIDAD

Este PNT va dirigido a todo aquel alumno/a, profesor/a, del departamento de Química de la EUETIB, que realice este procedimiento.

3.- INTRODUCCIÓN

La cafeína es uno de los derivados más importantes de la xantinas, concretamente, es un alcaloide del grupo de las metilxantinas.



Cafeina

Es una sustancia que se encuentra en ciertas plantas naturales y puede producirse sintéticamente en el laboratorio. Se encuentra en cantidades variables en las semillas, las hojas y los frutos de algunas plantas, donde actúa como un pesticida natural que paraliza y mata ciertos insectos que se alimentan de las plantas. También se encuentra en el café, té, chocolate, cacao y en bebidas de cola y energéticas.

Se utiliza como aditivo en ciertos productos alimenticios, tiene propiedades diuréticas y es un estimulante del sistema nervioso central que produce un efecto temporal de restauración del nivel de alerta y eliminación de la somnolencia. Se puede encontrar en diferentes medicamentos.

El té es una bebida hecha a partir de hojas secas de la planta de té o pequeños árboles (*Camellia Sinensis*) de la familia de las *Theaceae*s. Es consumida, ya sea como bebida caliente o fría, por aproximadamente la mitad de la población mundial. De menor importancia son los usos medicinales del té que está compuesto químicamente por cafeína, taninos, polifenoles y aceites esenciales.

El té posee mayor cantidad de cafeína que el café, pero el café es más estimulante por diversas razones: aunque una hoja de té fermentado (té negro), contiene por gramo más cantidad de cafeína que el propio café, al necesitarse menor cantidad de planta para hacer una taza, ésta tiene entre la mitad y la tercera parte de cafeína de la que contiene el café.

Por otro lado, durante el proceso de fermentación, el té va aumentando su contenido en cafeína (teína) hasta que llega a un máximo. Eso hace que el té verde tenga muy poco contenido en cafeína. Una taza de té negro contiene entre 25-100 mg y una de té verde tan sólo 10 ó 15 mg.

4.- FUNDAMENTO TEORICO

El aislamiento de la cafeína es un problema bastante engorroso, especialmente si el producto deseado está acompañado por otras sustancias de estructuras semejante.

La cafeína es uno de los alcaloides más fácil de aislar y se encuentra en concentraciones elevadas en materiales vegetales. Sin embargo, muchos alcaloides se encuentran en concentraciones muy bajas en plantas poco comunes.

La cafeína se puede extraer de las hojas de té por solubilización de la sustancia en agua caliente, en medio básico. La cafeína libre puede extraerse de esta fase acuosa con un disolvente orgánico como el diclorometano o cloroformo.

En este procedimiento, se utiliza el proceso de extracción como técnica para obtener la cafeína, esta es la técnica más empleada para separar un producto orgánico de una mezcla de reacción o para aislarlo de sus fuentes naturales. La extracción es un proceso por el cual podemos aislar una sustancia o grupos de sustancias basándonos en la diferencia de solubilidad de las mismas en un determinado disolvente.

La extracción puede realizarse a partir de mezclas sólidas o de soluciones de la sustancia deseada en un disolvente dado. En ambos casos debe observarse la formación de dos fases para que el proceso pueda realizarse: en el primer caso una fase sólida y una líquida, mientras que en el segundo caso deben presentarse dos fases líquidas inmiscibles.

Si se tienen dos líquidos inmiscibles entre sí formando dos fases líquidas y se agrega una tercera sustancia, dicha sustancia se distribuirá entre las dos fases de una manera definida dependiendo de su afinidad hacia los diferentes solventes.

El tratamiento químico del té con una base, como por ejemplo carbonato de sodio, convierte a los taninos ácidos en sus respectivas sales de sodio, las cuáles son altamente solubles en agua por su naturaleza iónica. Aunque la cafeína es soluble en agua, es mucho más soluble en cloroformo y por

eso puede ser extraída con este disolvente orgánico, mientras las sales de sodio del ácido gálico y los taninos permanecen en la fase acuosa.

El sulfato de sodio anhidro actúa eliminando toda el agua y las sales solubles en agua que permanecen en el cloroformo (capa orgánica) al ser accidentalmente transferidas en la decantación.

El color de la solución de té se debe a los pigmentos flavonoides, a las clorofilas y a sus respectivos productos de oxidación. Aunque las clorofilas son solubles en cloroformo, la mayoría de las demás sustancias que tiene el té no lo son. Así, por la extracción con cloroformo a partir de la solución básica de té, se obtiene la cafeína casi pura. El disolvente orgánico puede ser eliminado fácilmente por evaporación (o mediante destilación dado que su punto de ebullición es 62°C, o mediante vacío usando un equipo de evaporación rotatoria), para obtener la cafeína libre.

Una vez separados los componentes de la mezcla, éstos deben ser purificados ya que en el proceso de su aislamiento, las distintas fases orgánicas pueden contener algún componente que no se haya separado bien en la fase acuosa correspondiente.

En un experimento típico de laboratorio, un sólido que se separa de una mezcla de reacción suele ir acompañado de impurezas, por lo que es necesario someterlo a un proceso posterior de purificación mediante la técnica que se denomina recristalización. Los cristales obtenidos se deben recristalizar con una mínima cantidad de acetona-éter de petróleo, para dar lugar a pequeñas agujas de un sólido cristalino blanco.

5.- MATERIALES Y REACTIVOS

- Material del laboratorio:

- 1 matraz redondo de 500 ml
- 1 probeta de 100 ml
- 1 vaso de precipitados de 50 ml
- 2 soportes universales
- 2 pinzas con nuez
- Clips de sujeción
- 2 gomas para refrigerante
- 1 refrigerante
- 1 manta calefactora
- 1 embudo Büchner
- 1 embudo de decantación de 500 ml
- 1 tapón perforado
- 1 matraz Kitasato de 250 ml
- 1 bureta de 50 ml
- 1 aro con nuez
- 1 matraz erlenmeyer de 250 ml
- 1 cápsula de porcelana
- 1 rejilla
- 1 trípode

1 vidrio de reloj
1 espátula
1 varilla de vidrio
Papel de filtro
Gafas de seguridad
Guantes

- Equipo de laboratorio

Rotavapor
Mechero Bunsen
Balanza granataria
Balanza analítica

- Muestras

Materiales vegetales: 25 g de hojas de té verde, té rojo, té blanco o té negro.

- Reactivos:

Agua destilada H_2O
Carbonato de sodio Na_2CO_3
Cloroformo $CHCl_3$
Sulfato de sodio anhidro Na_2SO_4
Éter de petróleo $(C_2H_5)_2O$
Acetona $(CH_3)_2CO$

6.- PRECAUCIONES O MEDIDAS DE SEGURIDAD

Cloroformo

El procedimiento de evaporación del cloroformo se ha de realizar en una campana de ventilación, ya que se desprenden gases. Puede presentar efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación y posibles efectos cancerígenos. El vapor irrita el sistema respiratorio, las membranas mucosas, los ojos y la piel; el líquido quema, y su ingestión causa irritación y lesiones internas graves.

Éter de petróleo

Es un disolvente altamente inflamable, para su manejo se recomienda trabajar en el extractor y utilizar un baño de agua al calentarlo. El vapor causa irritación de la nariz y la garganta, somnolencia, mareo, confusión, desfallecimiento y en altas concentraciones, pérdida del conocimiento; la ingestión produce los mismos efectos. La inhalación persistente del éter en bajas concentraciones causa pérdida del apetito, mareo, fatiga y náusea; la inhalación o ingestión repetida conduce a la adicción al éter, cuyos síntomas son parecidos a los del alcoholismo crónico.

Acetona:

Es un disolvente altamente inflamable, para su manejo se recomienda trabajar en el extractor y utilizar un baño de agua al calentarlo. Es sumamente inflamable; el vapor en concentraciones elevadas, irrita los ojos y la nariz y su inhalación causa mareos, narcosis y coma; el líquido irrita los ojos y puede afectarlos gravemente; la ingestión del líquido causa irritación gástrica, narcosis y coma.

Sulfato de sodio anhidro: Como medida de carácter general, trabajar en un lugar con buena ventilación. Es moderadamente tóxico por inhalación o vía subcutánea; levemente tóxico por ingestión oral; irrita los ojos y la piel.

Carbonato de sodio: Se recomienda trabajar en un lugar con buena ventilación, ya que es moderadamente tóxico por vía intravenosa, levemente tóxico por ingestión.

7.- PROCEDIMIENTO

A) Extracción líquido-sólido. Reflujo

1. Pesar en la balanza granataria 25 g de té.
2. Colocar el té previamente molido en un matraz redondo de 500 ml y añadir 150 ml de agua destilada. Dicho matraz se introduce en un calefactor eléctrico o bien en un baño maría.
3. Conectar el matraz redondo al refrigerante (sujetos por un soporte universal mediante pinzas). Proceder a poner en marcha el sistema y calentar a reflujo durante 30 min.

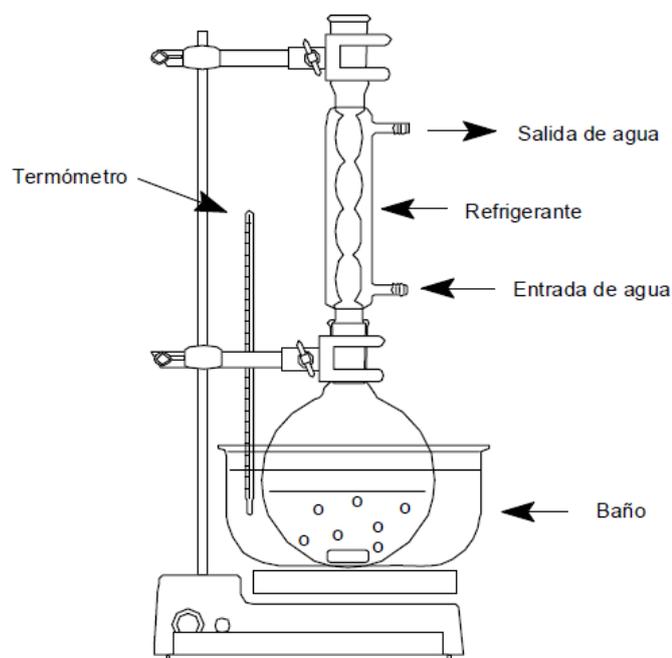


Figura 1: Extracción sólido-líquido mediante reflujo

4. Filtrar al vacío en caliente.
5. Añadir 5 g de Na_2CO_3 y agitar hasta que el sólido se disuelva.

6. Dejar enfriar la solución.

B) Extracción líquido-líquido

1. Colocar la solución acuosa obtenida por reflujo y tratada con el carbonato de sodio en un embudo de decantación de 250 ml y añadir 15 ml de cloroformo.
2. Tapar, agitar suavemente durante unos minutos para evitar la formación de emulsiones y recoger la fase orgánica (la más densa).
3. Agregar nuevamente otros 15 ml de cloroformo y volver a extraer.

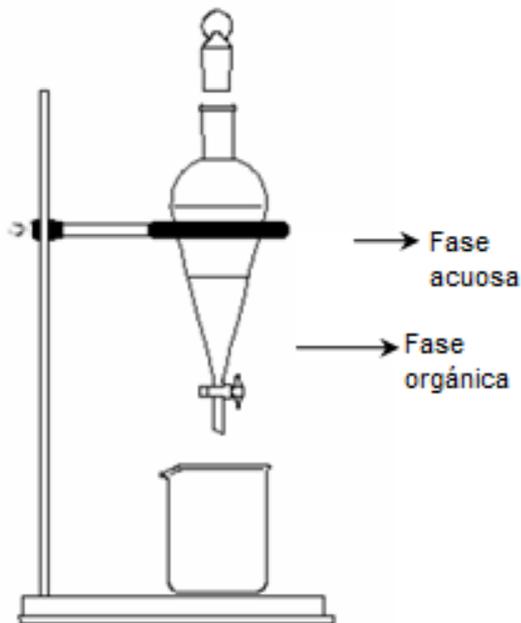


Figura 2: Extracción líquido-líquido con embudo de decantación

C) Rotavapor

1. Pesar el matraz redondo perfectamente limpio y seco, e introducir las fases orgánicas resultantes de la extracción.
2. Agregar pequeñas cantidades de Na_2SO_4 anhidro al extracto orgánico para absorber el agua remanente.
3. Colocar en el rotavapor conectado a una bomba de vacío y poner el reóstato a $60\text{ }^\circ\text{C}$ de temperatura.

En caso de no contar con un rotavapor se puede hacer una destilación simple cuidando que la temperatura no suba mucho (se puede emplear un baño de agua para calentar).

4. Dejar enfriar el matraz redondo.
5. Pesar el matraz redondo con la cafeína sólida, obteniendo el rendimiento.

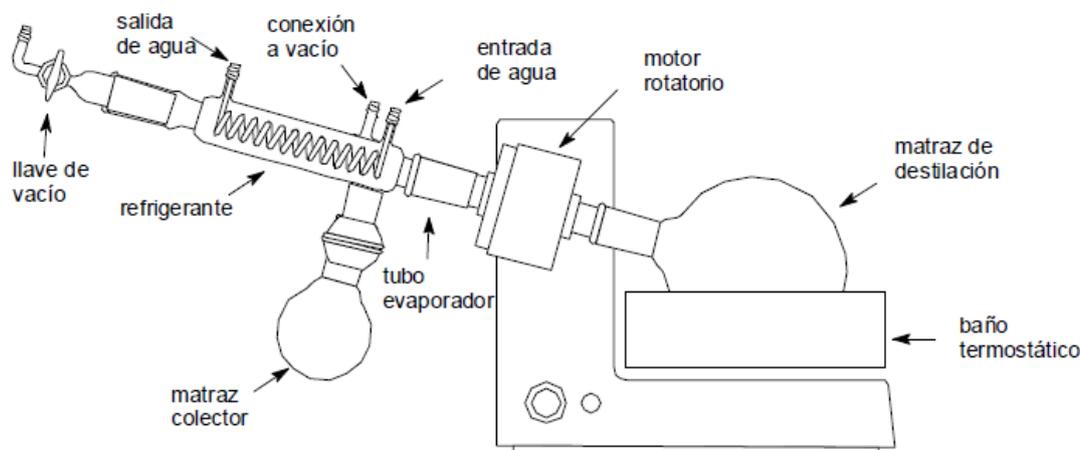


Figura 3: Rotavapor

D) Recristalización

1. Disolver la cafeína en acetona, calentando y añadiendo a continuación éter de petróleo gota a gota hasta que aparezca una ligera turbidez.
2. Dejar enfriar lentamente a temperatura ambiente, hasta que aparezcan los cristales de cafeína purificada.
3. Filtrar los cristales al vacío.
4. Recoger los cristales en una cápsula de porcelana previamente tarada.
5. Dejar secar a temperatura ambiente (bien tapada) y pesar el contenido de cristales.

8.- CÁLCULOS

$$\text{Ppm de cafeína} = \frac{\text{mg de cristales de cafeína}}{\text{g de té}}$$

9.- TRATAMIENTO DE LOS RESIDUOS

- La acetona y el éter de petróleo que quedan como residuo en la recristalización pertenecen al grupo de residuos II (disolventes no halógenos) debido a que son líquidos orgánicos inflamables que contienen menos de un 2% en halógenos. Para la recolección de estos residuos, se debe proceder de manera separada de los demás tipos de residuos evitando mezclas de disolventes que sean inmiscibles ya que la aparición de fases diferentes dificulta el tratamiento posterior y deberá ser almacenado en el contenedor con etiqueta verde para su adecuada gestión.

- El CHCl_3 obtenido como residuo pertenece al grupo de residuos I (disolventes halógenos, que contiene un total de sustancia halogenada superior al 2%) y deberá ser almacenado en el contenedor con etiqueta roja para su adecuada gestión.

10.- BIBLIOGRAFIA

- Gokel D., Química Orgánica Experimental, Editorial Reverté, S.A., Barcelona, 1986.
- Harria D., Análisis Químico Cuantitativo, Editorial Reverté, S.A., 3ª Edición (sexta edición original), Barcelona, 2007.
- Carvajal J., La Cafeína, Generalitat de Catalunya, Barcelona, 1988.
- NTP 480: La gestión de los residuos peligrosos en los laboratorios universitarios y de investigación
- NTP 276: Eliminación de residuos en el laboratorio: procedimientos generales
- NTP 464: Prevención del riesgo en el laboratorio químico: Operaciones básicas.
- FISQ: 3-004 Acetona (ICSC: 0087)
- FISQ: 3-065 Cloroformo (ICSC: 0027)
- FISQ: 5-167 Sulfato de sodio anhidro (ICSC: 0952)
- FISQ: Carbonato de sodio (CAS: 497-19-8)
- FISQ: Éter de petróleo (CAS: 8032-32-4)

EXTRACCIÓN DE LA CAFEÍNA DEL CAFÉ

PNT-P-OBCACAER-00

20-03-2010

- Realizado por: Silvia Calle Aznar y Anabel Rojo Ríos
 - Revisado por: Eva María Carral Mahía
 - Aprobado por: Núria Borràs Cristòfol

 - Número de copias: 1
 - Ubicación: Archivo del Departamento de Química
 - PNT asociado: PNT-P-OBCATEER-00
-

1.- OBJECTIVO

El objetivo de este PNT es la correcta separación de la cafeína del café por medio de extracción. Seguidamente, se realiza una purificación mediante la técnica de recristalización de un compuesto sólido.

2.- RESPONSABILIDAD

Este PNT va dirigido a todo aquel alumno/a, profesor/a, del departamento de Química de la EUETIB, que realice este procedimiento.

3.- INTRODUCCIÓN

La metilxantina más conocida es la cafeína, cuya fórmula es 1,3,7-trimetilxantina. Las fuentes más comunes de cafeína son el café, el fruto del cacao, la nuez de cola, el té y algunos preparados médicos (pastillas para el dolor de cabeza y analgésicos).

El café es la bebida natural más rica en cafeína, la sustancia más conocida del café y la que le confiere las propiedades estimulantes y parte de su sabor amargo. Contiene ácidos orgánicos que influyen en el sabor, olor y aroma del café y son responsables de su acidez; así como minerales (potasio, magnesio, calcio, cromo...) y vitaminas (niacina), aunque su valor nutritivo es casi nulo, dada la poca cantidad necesaria para elaborar una taza de café.

Las palabras cafeína y café provienen del árabe gahweb. La cafeína fue separada por primera vez del café en el año 1821. El café proviene originariamente de una planta nativa de Etiopía. Fue introducido por primera vez en Arabia y el resto de Oriente en el siglo IV después de Cristo. Las poblaciones nómades de Etiopía descubrieron aparentemente la bebida del café cuando notaron que sus animales domésticos se tornaban muy activos luego de comer los frutos del árbol. Los nómades descubrieron que ellos también se sentían muy activos al comer los frutos del árbol y comenzaron a hacer una bebida a partir del tostado de los granos.

El café se utilizó en ceremonias religiosas y rituales donde grupos de personas tomaban enormes cantidades y pasaban noches enteras rezando y cantando. Aproximadamente en el año 1573 el café comenzó a ser introducido en Europa, venciendo enormes resistencias. Las autoridades intentaron prohibirlo aludiendo que era una droga nueva y desconocida, pero estos esfuerzos fracasaron.

La planta de café es cultivada actualmente en muchos países tropicales de todo el mundo y la producción, comercialización, posesión o consumo de cafeína no es objeto de prohibición alguna.

Se trata de una sustancia que penetra con facilidad en todas las células del organismo y estimula la transmisión de los impulsos entre las neuronas. Por ello, se admite que una cantidad diaria de cafeína inferior a 300 miligramos, equivalente a dos o tres tazas de café, tonifica al organismo, alivia la fatiga, retrasa el cansancio y favorece las funciones intelectuales. Además, la cafeína posee un efecto vasoconstrictor a nivel cerebral, lo que explica su presencia en algunos medicamentos indicados para tratar la migraña. El consumo frecuente de café lleva consigo una adaptación a la cafeína, que no adicción, y esto explica que personas habituadas a tomarlo puedan experimentar síntomas como cansancio, irritabilidad, falta de concentración o dolor de cabeza si no ingieren su dosis habitual de cafeína.

La cafeína no se acumula en el organismo, se degrada en el hígado y se elimina por la orina entre 3 y 6 horas después de su consumo. Tiene un leve efecto diurético, por lo que grandes dosis de cafeína pueden provocar deshidratación.

De todas las especies de café, sólo se cultivan diez, y de dos de ellas se obtiene el 90% de la producción mundial de café: *Coffea arábica* y *Coffea canephora* (Robusta).

- Arábica: representa el 70% de la producción mundial de café y se considera el más selecto por sus cualidades aromáticas y su suave sabor, por eso suele ser más caro. El contenido en cafeína del grano es relativamente bajo, entre un 0,9 y un 1,5%.
- Robusta: es considerado menos sabroso y aromático que el Arábica, por lo que es muy usado por la industria alimentaria en la elaboración de café instantáneo y otros cafés más baratos. Contiene el doble de cafeína que el Arábica (entre un 2 y un 3,5%).

4.- FUNDAMENTO TEORICO

La cafeína va acompañada de diversas sustancias que hacen que el proceso de aislamiento de ésta sea muy complicado.

Los procesos para la extracción de la cafeína son varios, pero el más común de todos es el tratamiento del café por medio de cloroformo, en el cual toda la cafeína contenida se disuelve. Luego se evapora lentamente el cloroformo y así queda un residuo, que todavía es necesario purificar. Una vez purificado, se obtiene la cafeína en forma de agujas, después de una recristalización.

En este procedimiento, se utiliza el proceso de extracción como técnica para separar la cafeína. Esta técnica es la más empleada para separar un compuesto orgánico de una mezcla obtenida como producto de una reacción o para aislarlo de sus fuentes naturales. La extracción es un proceso por el cual podemos aislar una sustancia o grupos de sustancias basándonos en la diferencia de solubilidad de las mismas en un determinado disolvente. La extracción puede ser sólido – líquido o líquido – líquido en función del estado de la muestra.

Cuando se trata de una muestra sólida, se pulveriza y a continuación, se extraen los analitos mediante un disolvente en el que sean muy solubles, que los diferencie de las sustancias presentes en la matriz, que han de ser muy insolubles en ese disolvente.

Si se tienen dos líquidos inmiscibles entre sí formando dos fases líquidas, consiste en extraer los analitos de una muestra líquida mediante un disolvente inmiscible en ella, como puede ser una fase acuosa con un disolvente orgánico no miscible. El pH es fundamental para conseguir buen rendimiento.

El café, junto con una base como el carbonato de sodio, convierte a los taninos ácidos en sus respectivas sales de sodio, las cuáles son altamente solubles en agua por su naturaleza iónica. Aunque la cafeína es soluble en agua, es mucho más soluble en cloroformo y por eso puede ser extraída con este disolvente orgánico, mientras las sales de sodio del ácido gálico y los taninos permanecen en la fase acuosa.

El sulfato de sodio anhidro actúa eliminando toda el agua y las sales solubles en agua que se mantienen en el cloroformo o accidentalmente transferidas en el proceso de decantación.

El disolvente orgánico puede ser eliminado fácilmente por evaporación (o mediante destilación dado que su punto de ebullición es 62°C, o mediante vacío usando un equipo de evaporación rotatoria, para obtener la cafeína sólida.

En todo proceso de extracción, una vez separados los componentes de la mezcla, éstos deben ser purificados ya que en el proceso de su aislamiento las distintas fases orgánicas pueden contener algún componente que no se haya separado bien en la fase acuosa correspondiente.

Un sólido que se separa de una mezcla obtenida como producto de reacción suele ir acompañado de impurezas, por lo que es necesario someterlo a un proceso posterior de purificación mediante la técnica que se denomina recristalización. Se debe recristalizar con una mínima cantidad de acetona-éter de petróleo, para dar lugar a pequeñas agujas de un sólido cristalino blanco.

5.- MATERIALES Y REACTIVOS

- Material del laboratorio:

- 1 matraz redondo de 500 ml
- 1 probeta de 100 ml
- 1 vaso de precipitados de 50 ml
- 2 soportes universales
- 2 pinzas con nuez
- Clips de sujeción
- 2 gomas
- 1 refrigerante
- 1 manta calefactora
- 1 embudo Büchner
- 1 embudo de decantación de 500 ml
- 1 tapón perforado
- 1 matraz Kitasato de 250 ml

1 bureta de 50 ml
1 aro con nuez
1 matraz erlenmeyer de 250 ml
1 cápsula de porcelana
1 rejilla
1 trípode
1 vidrio de reloj
1 espátula
1 varilla de vidrio
Papel de filtro
Gafas de seguridad
Guantes

- Equipo de laboratorio

Rotavapor
Mechero Bunsen
Balanza granataria
Balanza analítica

- Muestras

Materiales vegetales: 100g de café molido

- Reactivos:

Agua destilada H_2O
Carbonato de sodio Na_2CO_3
Cloroformo $CHCl_3$
Sulfato de sodio anhidro Na_2SO_4
Éter de petróleo $(C_2H_5)_2O$
Acetona $(CH_3)_2CO$

6.- PRECAUCIONES O MEDIDAS DE SEGURIDAD

Cloroformo

El procedimiento de evaporación del cloroformo se ha de realizar en una campana de ventilación, ya que se desprenden gases.

Puede presentar efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación y posibles efectos cancerígenos. El vapor irrita el sistema respiratorio, las membranas mucosas, los ojos y la piel; el líquido quema, y su ingestión causa irritación y lesiones internas graves.

Éter de petróleo

Es un disolvente altamente inflamable, para su manejo se recomienda trabajar en el extractor y utilizar un baño de agua al calentarlo.

El éter de petróleo o nafta, es sumamente inflamable; el vapor causa irritación de la nariz y la garganta, sopor, mareo, confusión, desfallecimiento y en altas concentraciones, pérdida del conocimiento; la ingestión produce los mismos efectos. La inhalación persistente del éter en bajas concentraciones causa pérdida del apetito, mareo, fatiga y náusea; la inhalación o ingestión repetida conduce a la adicción al éter, cuyos síntomas son parecidos a los del alcoholismo crónico.

Acetona:

Es un disolvente altamente inflamable, para su manejo se recomienda trabajar en el extractor y utilizar un baño de agua al calentarlo. El vapor en concentraciones elevadas, irrita los ojos y la nariz y su inhalación causa mareos, narcosis y coma; el líquido irrita los ojos y puede afectarlos gravemente; la ingestión del líquido causa irritación gástrica, narcosis y coma.

Sulfato de sodio anhidro: Como medida de carácter general, trabajar en un lugar con buena ventilación.

Es moderadamente tóxico por inhalación o vía subcutánea; levemente tóxico por ingestión oral; irrita los ojos y la piel.

Carbonato de sodio: Se recomienda trabajar en un lugar con buena ventilación.

Es moderadamente tóxico por vía intravenosa, levemente tóxico por ingestión.

7.- PROCEDIMIENTO

A) Extracción líquido-sólido. Reflujo

1. Pesar en la balanza granataria 100 g de café.
2. Colocar el café previamente molido en un matraz de fondo redondo de 500 ml y añadir 200 ml de agua destilada. Colocar dicho matraz en una manta calefactora.
3. Conectar el matraz de fondo redondo al refrigerante (sujetados por un soporte universal mediante pinzas). Proceder a poner en marcha el sistema y calentar a reflujo durante 30 min.
4. Pasados este tiempo, filtrar al vacío en caliente.
5. Añadir 5 g de Na_2CO_3 y agitar hasta que el sólido se disuelva.
6. Dejar enfriar la solución.

B) Extracción líquido-líquido

1. Colocar la solución procedente del reflujo y tratada con carbonato de sodio en un embudo de decantación de 250 ml y añadir 15 ml de cloroformo.
2. Tapar, agitar durante unos minutos suavemente para evitar la formación de emulsiones y recoger la fase orgánica (la más densa).
3. Agregar otra vez otros 15 ml de cloroformo y extraer nuevamente.

C) Rotavapor

1. Pesar el matraz de fondo redondo, perfectamente limpio y seco, e introducir las fases orgánicas recolectadas en las dos extracciones.

2. Agregar pequeñas cantidades de Na_2SO_4 anhidro al extracto orgánico para absorber el agua remanente.
3. Colocar en el rotavapor conectado a una bomba de vacío y poner el reóstato a $60\text{ }^\circ\text{C}$ de temperatura.
En caso de no contar con un rotavapor se puede hacer una destilación simple cuidando que la temperatura no suba mucho (se puede emplear un baño de agua para calentar).
4. Dejar enfriar y pesar el matraz de bola con la cafeína sólida, obteniendo el rendimiento.

D) Recristalización

1. Disolver la cafeína en acetona, calentando y añadiendo a continuación éter de petróleo gota a gota hasta que aparezca una ligera turbidez.
2. Dejar enfriar lentamente a temperatura ambiente, hasta que aparezcan los cristales de cafeína purificada.
3. Filtrar los cristales al vacío.
4. Recoger los cristales en una cápsula de porcelana previamente tarada.
5. Dejar secar a temperatura ambiente (bien tapada) y pesar el contenido de cristales.

8.- CÁLCULOS

$$\text{Concentración media de cafeína \%p/p} = \frac{\text{mg de cristales de cafeína}}{\text{g de café}}$$

9.- TRATAMIENTO DE LOS RESIDUOS

- La acetona y el éter de petróleo que queda como residuo en la recristalización pertenecen al grupo de residuos II (disolventes no halógenos) debido a que son líquidos orgánicos inflamables que contienen menos de un 2% en halógenos. Para la recolección de estos residuos, se debe proceder de manera separada de los demás tipos de residuos evitando mezclas de disolventes que sean inmiscibles ya que la aparición de fases diferentes dificulta el tratamiento posterior y deberá ser almacenado en el contenedor con etiqueta verde para su adecuada gestión.
- El CHCl_3 obtenido como residuo pertenece al grupo de residuos I (disolventes halógenos, que contiene un total de sustancia halogenada superior al 2%) y deberá ser almacenado en el contenedor con etiqueta roja para su adecuada gestión.

10.- BIBLIOGRAFIA

- Gokel D., Química Orgánica Experimental, Editorial Reverté, S.A., Barcelona, 1986.
- Harria D., Análisis Químico Cuantitativo, Editorial Reverté, S.A., 3ª Edición (sexta edición original), Barcelona, 2007.
- Carvajal J., La Cafeína, Generalitat de Catalunya, Barcelona, 1988.
- NTP 480: La gestión de los residuos peligrosos en los laboratorios universitarios y de investigación

- NTP 276: Eliminación de residuos en el laboratorio: procedimientos generales
- NTP 464: Prevención del riesgo en el laboratorio químico: Operaciones básicas.
- FISQ: 3-004 Acetona (ICSC: 0087)
- FISQ: 3-065 Cloroformo (ICSC: 0027)
- FISQ: 5-167 Sulfato de sodio anhidro (ICSC: 0952)
- FISQ: Carbonato de sodio (CAS: 497-19-8)
- FISQ: Éter de petróleo (CAS: 8032-32-4)

SEPARACIÓN DE LA CAFEÍNA DE LA YERBA MATE

PNT-P-OBCAYMER-00

20-03-2010

- Realizado por: Silvia Calle Aznar y Anabel Rojo Ríos
 - Revisado por: Eva María Carral Mahía
 - Aprobado por: Núria Borràs Cristòfol

 - Número de copias: 1
 - Ubicación: Archivo del Departamento de Química
 - PNT asociado: PNT-P-OBCATEER-00
-

1.- OBJECTIVO

El objetivo de este PNT es la correcta separación de la cafeína de la yerba mate por medio de extracción.

Seguidamente, se realiza una purificación mediante la técnica de recristalización de un compuesto sólido.

2.- RESPONSABILIDAD

Este PNT va dirigido a todo aquel alumno/a, profesor/a, del departamento de Química de la EUETIB, que realice este procedimiento.

3.- INTRODUCCIÓN

Cafeína es el nombre común para la trimetilxantina (1,3,7-trimetilxantina). Ésta se encuentra de forma natural en varias plantas, como son el café, el guaraná, la yerba mate, el cacao y el té. Para las plantas, la cafeína actúa como un pesticida natural, paralizando y matando insectos que intentan alimentarse de la planta.

La cafeína pertenece a una clase de compuestos conocidos como alcaloides, de origen vegetal, que contienen nitrógenos básicos, presentan a menudo sabor amargo, y generalmente tienen propiedades fisiológicas.

Mate es una bebida como el té consumida mayormente en Argentina, Uruguay, Paraguay y el sur de Brasil. Se prepara con las hojas secas y palitos del árbol *Ilex Paraguarensis* (Yerba Mate). El nombre "Mate" deriva de la palabra quechua "mati" que nombra la calabaza (*Lagenaria vulgaris*) que es tradicionalmente usada para tomar mate. El nombre científico *Ilex Paraguarensis* fué dado por el naturalista y botanista francés Auguste de Saint Hilaire en 1822, el árbol pertenece a la familia *Aquifoliaceae*.

Un mate típico contiene unos 50 g de yerba mate. Como la yerba mate contiene cerca de 1-1.5% en peso de cafeína, se pueden esperar unos 500-750 mg de cafeína en un mate.

Entre los principales componentes de la yerba mate cabe citar los siguientes: agua, celulosa, sales minerales, tanoides, resina, cera, goma, glucósidos (saponinas), cafeína, materia grasa, vitaminas B1, B2, C, A, riboflavina, caroteno, ácido pantoténico, inositol y 15 tipos de aminoácidos, todo lo que hacen de la yerba mate una de las infusiones más completas que existen, pero lo que le suministra más intensidad es la presencia de un alcaloide: la cafeína.

4.- FUNDAMENTO TEORICO

La cafeína va acompañada de diversas sustancias que hacen que el proceso de aislamiento de ésta sea muy complicado.

Los procesos para la extracción de la cafeína son varios, pero el más común de todos es el tratamiento de la yerba mate por medio de cloroformo, en el cual toda la cafeína contenida se disuelve. Luego se evapora lentamente el cloroformo y así queda un residuo, que todavía es necesario purificar. Este residuo se somete a una recristalización y se obtiene la cafeína purificada en forma de agujas cristalinas.

En este procedimiento, se utiliza el proceso de extracción como técnica para obtener la cafeína. Es la técnica más empleada para separar un producto orgánico de una mezcla de reacción o para aislarlo de sus fuentes naturales. La extracción es un proceso por el cual podemos aislar una sustancia o grupos de sustancias basándonos en la diferencia de solubilidad de las mismas en un determinado disolvente. La extracción puede ser sólido – líquido o líquido – líquido en función del estado de la muestra.

Cuando se trata de una muestra sólida, se pulveriza y a continuación, se extraen los analitos mediante un disolvente en el que sean muy solubles, que los diferencie de las sustancias presentes en la matriz, que han de ser muy insolubles en ese disolvente.

Si se tienen dos líquidos inmiscibles entre sí formando dos fases líquidas, consiste en extraer los analitos de una muestra líquida mediante un disolvente inmiscible en ella, como puede ser una fase acuosa con un disolvente orgánico no miscible. El pH es fundamental para conseguir un buen rendimiento.

Una base como el carbonato de sodio, convierte a los taninos ácidos en sus respectivas sales de sodio, las cuáles son altamente solubles en agua por su naturaleza iónica. Aunque la cafeína es soluble en agua, es mucho más soluble en cloroformo y por eso puede ser extraída con este disolvente orgánico, mientras las sales de sodio del ácido gálico y los taninos permanecen en la fase acuosa.

El sulfato de sodio anhidro actúa eliminando toda el agua y las sales solubles en agua que permanecen en el cloroformo al ser transferidas accidentalmente en la decantación.

El disolvente orgánico puede ser eliminado fácilmente por evaporación (o mediante destilación dado que su punto de ebullición es 62°C, o mediante vacío usando un equipo de evaporación rotatoria), para obtener la cafeína libre.

Una vez separados los componentes de la mezcla, éstos deben ser purificados ya que en el proceso de su aislamiento las distintas fases orgánicas pueden contener algún componente que no se haya separado bien en la fase acuosa correspondiente.

Un sólido que se separa de una mezcla de reacción suele ir acompañado de impurezas, por lo que es necesario someterlo a un proceso posterior de purificación mediante la técnica que se denomina recristalización. Se debe recristalizar con una mínima cantidad de acetona-éter de petróleo, para dar lugar a pequeñas agujas de un sólido cristalino blanco.

5.- MATERIALES Y REACTIVOS

- Material del laboratorio:

- 1 matraz redondo de 500 ml
- 1 probeta de 100 ml
- 1 vaso de precipitados de 50 ml
- 2 soportes universales
- 2 pinzas con nuez
- Clips de sujeción
- 2 gomas para refrigerante
- 1 refrigerante
- 1 manta calefactora
- 1 embudo Büchner
- 1 embudo de decantación de 500 ml
- 1 tapón perforado
- 1 matraz Kitasato de 250 ml
- 1 bureta de 50 ml
- 1 aro con nuez
- 1 matraz erlenmeyer de 250 ml
- 1 cápsula de porcelana
- 1 rejilla
- 1 trípode
- 1 vidrio de reloj
- 1 espátula
- 1 varilla de vidrio
- Papel de filtro
- Gafas de seguridad
- Guantes

- Equipo de laboratorio

- Rotavapor
- Mechero Bunsen
- Balanza granataria

Balanza analítica

- Muestras

Materiales vegetales: Yerba mate

- Reactivos:

Agua destilada H₂O

Carbonato de sodio Na₂CO₃

Cloroformo CHCl₃

Sulfato de sodio anhidro Na₂SO₄

Éter de petróleo (C₂H₅)₂O

Acetona (CH₃)₂CO

6.- PRECAUCIONES O MEDIDAS DE SEGURIDAD

Cloroformo

El procedimiento de evaporación del cloroformo se ha de realizar en una campana de ventilación, ya que se desprenden gases. Puede presentar efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación y posibles efectos cancerígenos. El vapor irrita el sistema respiratorio, las membranas mucosas, los ojos y la piel; el líquido quema, y su ingestión causa irritación y lesiones internas graves.

Éter de petróleo

Es un disolvente altamente inflamable, para su manejo se recomienda trabajar en el extractor y utilizar un baño de agua al calentarlo. El vapor causa irritación de la nariz y la garganta, sopor, mareo, confusión, desfallecimiento y en altas concentraciones, pérdida del conocimiento; la ingestión produce los mismos efectos. La inhalación persistente del éter en bajas concentraciones causa pérdida del apetito, mareo, fatiga y náusea; la inhalación o ingestión repetida conduce a la adicción al éter, cuyos síntomas son parecidos a los del alcoholismo crónico.

Acetona:

Es un disolvente altamente inflamable, para su manejo se recomienda trabajar en el extractor y utilizar un baño de agua al calentarlo. El vapor en concentraciones elevadas, irrita los ojos y la nariz y su inhalación causa mareos, narcosis y coma; el líquido irrita los ojos y puede afectarlos gravemente; la ingestión del líquido causa irritación gástrica, narcosis y coma.

Sulfato de sodio anhidro: Como medida de carácter general, trabajar en un lugar con buena ventilación. Es moderadamente tóxico por inhalación o vía subcutánea; levemente tóxico por ingestión oral; irrita los ojos y la piel.

Carbonato de sodio: Se recomienda trabajar en un lugar con buena ventilación. Es moderadamente tóxico por vía intravenosa, levemente tóxico por ingestión.

7.- PROCEDIMIENTO

A) Extracción líquido-sólido. Reflujo

1. Pesar en la balanza granataria 50 g de yerba mate.

2. Colocar la yerba mate previamente molida, en un matraz redondo de 500 ml y añadir 200 ml de agua destilada. El matraz, a su vez, se introduce en un calefactor eléctrico o bien en un baño maría.
3. Conectar el matraz redondo al refrigerante (sujetos por un soporte universal mediante pinzas). Proceder a poner en marcha el sistema y calentar a reflujo durante 30 min.
4. Filtrar al vacío en caliente.
5. Añadir 5 g de Na_2CO_3 y agitar hasta que el sólido se disuelva.
6. Dejar enfriar la solución.

B) Extracción Líquido-líquido

1. Colocar la solución acuosa después del reflujo y de haber sido tratada con carbonato sódico en un embudo de decantación de 250 ml y añadir 15 ml de cloroformo.
2. Tapar, agitar suavemente durante unos minutos para evitar la formación de emulsiones y recoger la fase orgánica (la más densa).
3. Agregar otra vez otros 15 ml de cloroformo y extraer nuevamente.

C) Rotavapor

1. Pesar el matraz redondo perfectamente limpio y seco, e introducir las fases orgánicas resultantes de la extracción.
2. Agregar pequeñas cantidades de Na_2SO_4 anhidro al extracto orgánico para absorber el agua remanente.
3. Colocar en el rotavapor conectado a una bomba de vacío y poner el reóstato a 60 °C de temperatura.
En caso de no contar con un rotavapor se puede hacer una destilación simple cuidando que la temperatura no suba mucho (se puede emplear un baño de agua para calentar).
4. Dejar enfriar y pesar el matraz redondo con la cafeína sólida, obteniendo el rendimiento.

D) Recristalización

1. Disolver la cafeína en acetona, calentando y añadiendo a continuación éter de petróleo gota a gota hasta que aparezca una ligera turbidez.
2. Dejar enfriar lentamente a temperatura ambiente, hasta que aparezcan los cristales de cafeína purificada.
3. Filtrar los cristales al vacío.
4. Recoger los cristales en una cápsula de porcelana previamente tarada.
5. Dejar secar a temperatura ambiente (bien tapada) y pesar el contenido de cristales.

8.- CÁLCULOS

$$\text{Concentración media de cafeína \%p/p} = \frac{\text{mg de cristales de cafeína}}{\text{g de yerba mate}}$$

9.- TRACTAMIENTO DE LOS RESIDUOS

- La acetona y el éter de petróleo que queda como residuo en la recristalización pertenecen al grupo de residuos II (disolventes no halógenos) debido a que son líquidos orgánicos inflamables que contienen menos de un 2% en halógenos. Para la recolección de estos residuos, se debe proceder de manera separada de los demás tipos de residuos evitando mezclas de disolventes que sean inmiscibles ya que la aparición de fases diferentes dificulta el tratamiento posterior y deberá ser almacenado en el contenedor con etiqueta verde para su adecuada gestión.
- El CHCl_3 obtenido como residuo pertenece al grupo de residuos I (disolventes halógenos, que contiene un total de sustancia halogenada superior al 2%) y deberá ser almacenado en el contenedor con etiqueta roja para su adecuada gestión.

10.- BIBLIOGRAFIA

- Gokel D., Química Orgánica Experimental, Editorial Reverté, S.A., Barcelona, 1986.
- Harria D., Análisis Químico Cuantitativo, Editorial Reverté, S.A., 3ª Edición (sexta edición original), Barcelona, 2007.
- Barreto M., El mate: Su historia y su cultura, Ediciones del Sol S.R.L., 2ª Edición, Buenos Aires, 2006.
- Carvajal J., La Cafeína, Generalitat de Catalunya, Barcelona, 1988.
- NTP 480: La gestión de los residuos peligrosos en los laboratorios universitarios y de investigación
- NTP 276: Eliminación de residuos en el laboratorio: procedimientos generales
- NTP 464: Prevención del riesgo en el laboratorio químico: Operaciones básicas.
- FISQ: 3-004 Acetona (ICSC: 0087)
- FISQ: 3-065 Cloroformo (ICSC: 0027)
- FISQ: 5-167 Sulfato de sodio anhidro (ICSC: 0952)
- FISQ: Carbonato de sodio (CAS: 497-19-8)
- FISQ: Éter de petróleo (CAS: 8032-32-4)

SEPARACIÓN DE LA CAFEÍNA EN REFRESCOS DE COLA

PNT-P-OBCARCER-00

26-04-2010

- Realizado por: Silvia Calle Aznar y Anabel Rojo Ríos
 - Revisado por: Eva María Carral Mahía
 - Aprobado por: Núria Borràs Cristòfol

 - Número de copias: 1
 - Ubicación: Archivo del Departamento de Química
 - PNT asociado: PNT-P-OBCATEER-00
-

1.- OBJECTIVO

El objetivo de este PNT es la correcta separación de la cafeína en refrescos de cola por medio de extracción.

Seguidamente, se realiza una purificación mediante la técnica de recristalización de un compuesto sólido.

2.- RESPONSABILIDAD

Este PNT va dirigido a todo aquel alumno/a, profesor/a, del departamento de Química de la EUETIB, que realice este procedimiento.

3.- INTRODUCCIÓN

Cafeína es el nombre común para la trimetilxantina (1,3,7-trimetilxantina). Ésta se encuentra de forma natural en varias plantas, como son el café, el guaraná, la yerba mate, el cacao y el té. Para las plantas, la cafeína actúa como un pesticida natural, paralizando y matando insectos que intentan alimentarse de la planta.

La cafeína pertenece a una clase de compuestos conocidos como alcaloides, de origen vegetal, que contienen nitrógenos básicos, presentan a menudo sabor amargo, y generalmente tienen propiedades fisiológicas.

La cafeína también se encuentra en bebidas refrescantes de las que también es posible llevar a cabo su extracción, puesto que el resto de componentes son solubles en agua. La cafeína en estos refrescos se encuentra en una proporción de unos 0,1 mg/ml, unas seis veces menor que en el café. La cafeína de los refrescos de cola procede del extracto de nuez de cola, fruto tropical que la contiene de modo natural, que se puede adquirir en forma de jarabe. Si a este jarabe se le añade ácido fosfórico, caramelo, agua y dióxido de carbono, obtenemos el refresco clásico de cola.

La bebida de cola original la inventó en 1886 un farmacéutico estadounidense, John Styth Pemberton, con un propósito medicinal. Preparó una mezcla de hojas de cola, frutos secos de cola y cafeína para curar la resaca y los dolores de cabeza. Una década más tarde, se creó otra bebida de cola para tratar la dispepsia. Actualmente ya no se emplean las hojas de cola en la fabricación de los refrescos. El efecto estimulante proviene de la cafeína y el consumo excesivo de ésta se asocia a una serie de efectos secundarios.

En el mercado, las empresas que fabrican y distribuyen las bebidas cola no se limitan a un único producto. Los tradicionales refrescos cola se encuentran en distintas presentaciones que incluyen las llamadas gaseosas "Light", que contienen menos azúcar, o las descafeinadas que proclaman no tener cafeína.

La cafeína es una sustancia estimulante que en dosis moderadas (no más de 200 miligramos al día) favorece el trabajo intelectual y la actividad muscular. Cantidades mayores pueden provocar ansiedad e insomnio. En los niños, los efectos de la cafeína son mayores. De acuerdo con el Consejo Europeo de Información sobre la Alimentación (EUFIC), organización no lucrativa que proporciona información científica sobre la seguridad y calidad alimentaria, la salud y la nutrición, el consumo máximo de cafeína en un adulto al día no debe exceder 300 mg.

4.- FUNDAMENTO TEORICO

Los procesos para la extracción de la cafeína son varios, pero el más común de todos es el tratamiento de los refrescos de cola por medio de cloroformo, en el cual toda la cafeína contenida se disuelve. Luego se evapora lentamente el cloroformo y así queda un residuo, que todavía es necesario purificar. Este residuo se somete a una recristalización y se obtiene la cafeína purificada en forma de agujas cristalinas.

En este procedimiento, se utiliza el proceso de extracción como técnica para obtener la cafeína. Es la técnica más empleada para separar un producto orgánico de una mezcla de reacción o para aislarlo de sus fuentes naturales. La extracción es un proceso por el cual podemos aislar una sustancia o grupos de sustancias basándonos en la diferencia de solubilidad de las mismas en un determinado disolvente. La extracción puede ser sólido – líquido o líquido – líquido en función del estado de la muestra.

Cuando se trata de una muestra sólida, se pulveriza y a continuación, se extraen los analitos mediante un disolvente en el que sean muy solubles, que los diferencie de las sustancias presentes en la matriz, que han de ser muy insolubles en ese disolvente.

Si se tienen dos líquidos inmiscibles entre sí formando dos fases líquidas, consiste en extraer los analitos de una muestra líquida mediante un disolvente inmiscible en ella, como puede ser una fase acuosa con un disolvente orgánico no miscible. El pH es fundamental para conseguir un buen rendimiento.

Una base como el carbonato de sodio, convierte a los taninos ácidos en sus respectivas sales de sodio, las cuáles son altamente solubles en agua por su naturaleza iónica. Aunque la cafeína es soluble en agua, es mucho más soluble en cloroformo y por eso puede ser extraída con este

disolvente orgánico, mientras las sales de sodio del ácido gálico y los taninos permanecen en la fase acuosa.

El sulfato de sodio anhidro actúa eliminando toda el agua y las sales solubles en agua que permanecen en el cloroformo al ser transferidas accidentalmente en la decantación.

El disolvente orgánico puede ser eliminado fácilmente por evaporación (o mediante destilación dado que su punto de ebullición es 62°C, o mediante vacío usando un equipo de evaporación rotatoria), para obtener la cafeína libre.

Una vez separados los componentes de la mezcla, éstos deben ser purificados ya que en el proceso de su aislamiento las distintas fases orgánicas pueden contener algún componente que no se haya separado bien en la fase acuosa correspondiente.

Un sólido que se separa de una mezcla de reacción suele ir acompañado de impurezas, por lo que es necesario someterlo a un proceso posterior de purificación mediante la técnica que se denomina recristalización. Se debe recristalizar con una mínima cantidad de acetona-éter de petróleo, para dar lugar a pequeñas agujas de un sólido cristalino blanco.

5.- MATERIALES Y REACTIVOS

- Material del laboratorio:

- 1 matraz redondo de 500 ml
- 1 probeta de 100 ml
- 1 vaso de precipitados de 250 ml
- 1 soportes universales
- 1 nuez
- 2 gomas para refrigerante
- 1 refrigerante
- 1 manta calefactora
- 1 embudo Büchner
- 1 embudo de decantación de 500 ml
- 1 tapón perforado
- 1 matraz Kitasato de 250 ml
- 1 bureta de 50 ml
- 1 aro con nuez
- 1 matraz erlenmeyer de 250 ml
- 1 cápsula de porcelana
- 1 rejilla
- 1 imán
- 1 trípode
- 1 vidrio de reloj
- 1 espátula
- 1 varilla de vidrio

Papel de filtro
Gafas de seguridad
Guantes

- Equipo de laboratorio

Agitador magnético
Rotavapor
Mechero Bunsen
Balanza analítica

- Muestras

Materiales vegetales: Refresco de cola

- Reactivos:

Agua destilada H_2O
Carbonato de sodio Na_2CO_3
Cloroformo $CHCl_3$
Sulfato de sodio anhidro Na_2SO_4
Éter de petróleo $(C_2H_5)_2O$
Acetona $(CH_3)_2CO$

6.- PRECAUCIONES O HECHOS A TENER EN CUENTA

Cloroformo

El procedimiento de evaporación del cloroformo se ha de realizar en una campana de ventilación, ya que se desprenden gases. Puede presentar efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación y posibles efectos cancerígenos. El vapor irrita el sistema respiratorio, las membranas mucosas, los ojos y la piel; el líquido quema, y su ingestión causa irritación y lesiones internas graves.

Éter de petróleo

Es un disolvente altamente inflamable, para su manejo se recomienda trabajar en el extractor y utilizar un baño de agua al calentarlo. El vapor causa irritación de la nariz y la garganta, sopor, mareo, confusión, desfallecimiento y en altas concentraciones, pérdida del conocimiento; la ingestión produce los mismos efectos. La inhalación persistente del éter en bajas concentraciones causa pérdida del apetito, mareo, fatiga y náusea; la inhalación o ingestión repetida conduce a la adicción al éter, cuyos síntomas son parecidos a los del alcoholismo crónico.

Acetona:

Es un disolvente altamente inflamable, para su manejo se recomienda trabajar en el extractor y utilizar un baño de agua al calentarlo. El vapor en concentraciones elevadas, irrita los ojos y la nariz y su inhalación causa mareos, narcosis y coma; el líquido irrita los ojos y puede afectarlos gravemente; la ingestión del líquido causa irritación gástrica, narcosis y coma.

Sulfato de sodio anhidro: Como medida de carácter general, trabajar en un lugar con buena ventilación. Es moderadamente tóxico por inhalación o vía subcutánea; levemente tóxico por ingestión oral; irrita los ojos y la piel.

Carbonato de sodio: Se recomienda trabajar en un lugar con buena ventilación. Es moderadamente tóxico por vía intravenosa, levemente tóxico por ingestión.

7.- PROCEDIMIENTO

A) Eliminación de dióxido de carbono

1. Añadir 150 ml de refresco de cola en un vaso de precipitados de 250 ml.
2. Agregar unas pequeñas cantidades de Na_2CO_3 para neutralizar el ácido benzoico presente en estos líquidos.
3. Colocar un imán recubierto de material inerte químicamente en la disolución.
4. Agitar mediante un agitador magnético que gira a unas determinadas revoluciones por minuto, sin que se produzcan salpicaduras, durante 10 minutos.
5. Comprobar que en burbujeo ha cesado.

B) Extracción líquido-líquido

1. Colocar la solución en un embudo de decantación de 250 ml y añadir 15 de cloroformo.
2. Tapar, agitar suavemente durante unos minutos para evitar la formación de emulsiones y recoger la fase orgánica (la más densa).
3. Agregar otra vez otros 15 ml de cloroformo y extraer nuevamente.

C) Rotavapor

1. Pesar el matraz redondo perfectamente limpio y seco, e introducir las fases orgánicas resultantes de la extracción.
2. Agregar pequeñas cantidades de Na_2SO_4 anhidro al extracto orgánico para absorber el agua remanente.
3. Colocar en el rotavapor conectado a una bomba de vacío y poner el reóstato a 60 °C de temperatura.

En caso de no contar con un rotavapor se puede hacer una destilación simple cuidando que la temperatura no suba mucho (se puede emplear un baño de agua para calentar).

4. Dejar enfriar y pesar el matraz redondo con la cafeína sólida, obteniendo el rendimiento.

D) Recristalización

1. Disolver la cafeína en acetona, calentando y añadiendo a continuación éter de petróleo gota a gota hasta que aparezca una ligera turbidez.
2. Dejar enfriar lentamente a temperatura ambiente, hasta que aparezcan los cristales de cafeína purificada.
3. Filtrar los cristales al vacío.
4. Recoger los cristales en una cápsula de porcelana previamente tarada.

5. Dejar secar a temperatura ambiente (bien tapada) y pesar el contenido de cristales.

8.- CÁLCULOS

$$\text{Concentración media de cafeína \%p/V} = \frac{\text{mg de cristales de cafeína}}{\text{ml de refresco de cola}}$$

9.- TRACTAMIENTO DE LOS RESIDUOS

- La acetona y el éter de petróleo que queda como residuo en la recristalización pertenecen al grupo de residuos II (disolventes no halógenos) debido a que son líquidos orgánicos inflamables que contienen menos de un 2% en halógenos. Para la recolección de estos residuos, se debe proceder de manera separada de los demás tipos de residuos evitando mezclas de disolventes que sean inmiscibles ya que la aparición de fases diferentes dificulta el tratamiento posterior y deberá ser almacenado en el contenedor con etiqueta verde para su adecuada gestión.
- El CHCl_3 obtenido como residuo pertenece al grupo de residuos I (disolventes halógenos, que contiene un total de sustancia halogenada superior al 2%) y deberá ser almacenado en el contenedor con etiqueta roja para su adecuada gestión.

10.- BIBLIOGRAFIA

- Gokel D., Química Orgánica Experimental, Editorial Reverté, S.A., Barcelona, 1986.
- Harria D., Análisis Químico Cuantitativo, Editorial Reverté, S.A., 3ª Edición (sexta edición original), Barcelona, 2007.
- Barreto M., El mate: Su historia y su cultura, Ediciones del Sol S.R.L., 2ª Edición, Buenos Aires, 2006.
- Carvajal J., La Cafeína, Generalitat de Catalunya, Barcelona, 1988.
- NTP 480: La gestión de los residuos peligrosos en los laboratorios universitarios y de investigación
- NTP 276: Eliminación de residuos en el laboratorio: procedimientos generales
- NTP 464: Prevención del riesgo en el laboratorio químico: Operaciones básicas.
- FISQ: Carbonato de sodio (CAS: 497-19-8)
- FISQ: 3-004 Acetona (ICSC: 0087)
- FISQ: 3-065 Cloroformo (ICSC: 0027)
- FISQ: 5-167 Sulfato de sodio anhidro (ICSC: 0952)
- FISQ: Éter de petróleo (CAS: 8032-32-4)

SEPARACIÓN DE LA CAFEÍNA EN BEBIDAS CON GUARANÁ

PNT-P-OBCARCER-00

24-04-2010

- Realizado por: Silvia Calle Aznar y Anabel Rojo Ríos
- Revisado por: Eva María Carral Mahía
- Aprobado por: Núria Borràs Cristòfol

- Número de copias: 1
- Ubicación: Archivo del Departamento de Química
- PNT asociado: PNT-P-OBCARCER-00

1.- OBJECTIVO

El objetivo de este PNT es la correcta separación de la cafeína en bebidas con guaraná por medio de extracción.

Seguidamente, se realiza una purificación mediante la técnica de recristalización de un compuesto sólido.

2.- RESPONSABILIDAD

Este PNT va dirigido a todo aquel alumno/a, profesor/a, del departamento de Química de la EUETIB, que realice este procedimiento.

3.- INTRODUCCIÓN

La cafeína es un compuesto alcaloide, del grupo de las xantinas. Es el mismo compuesto químico que la guaranina (llamada así por la guaraná), la mateína (por el mate) y la teína (por el té). Originalmente se pensaba que estas sustancias tenían diferencias químicas, pero después se descubrió que son idénticas.

La cafeína se encuentra principalmente en los frutos de la planta de café, en la planta de té, en la yerba mate, y en las bayas de guaraná. En pequeñas cantidades se puede encontrar en el cacao y en la nuez de cola. En general, la cafeína se encuentra en las semillas, hojas, y frutos de más de 60 plantas, en las que actúa como un pesticida natural que paraliza y mata ciertas clases de insectos cuando se alimentan de éstas.

La cafeína es un estimulante del sistema nervioso central, el cual es capaz de quitar la somnolencia y restaurar el nivel de alerta. Las bebidas que contienen cafeína, como el café, té,

refrescos de cola y bebidas energéticas tienen una gran popularidad, ya que es la sustancia psicoactiva más ampliamente consumida en el mundo.

El Guaraná es una bebida gaseosa que se vende tanto como las principales marcas de gaseosas cola, aunque poco tenga que ver el sabor. El Guaraná es una bebida similar a una infusión preparada con la planta de guaraná, un refresco que al parecer tiene muy buenos efectos medicinales. La difusión de la bebida de Guaraná es tal, que es parte del imaginario cultural brasileño, y quizás en parte, responsable de la vitalidad de Brasil tan bien representada en su gente. En cuanto a la planta de Guaraná, es una planta trepadora de la familia *Sapindaceae* originaria de la cuenca amazónica de Brasil, Colombia y Venezuela, con frutos de cáscara amarilla que al madurar liberan sus semillas. Su nombre binomial es *Paullinia cupana*.

El Guaraná podría catalogarse entre las bebidas estimulantes, y concretamente, se elabora a base del extracto de la semilla de Guaraná tostada y molida. Es una bebida tónica no alcohólica, distribuida bajo dos marcas emblemáticas que en Brasil, compiten por la mayor parte del mercado: Antártica y Brahma.

El comercio y consumo de los productos y derivados provenientes de la semilla del guaraná, va extendiéndose en todo el mundo debido a sus propiedades medicinales, estimulantes y energéticas.

Aunque el mercado local se encuentra saturado, el cultivo del guaraná se encuentra en franca expansión, exportándose con éxito a países de Europa (Italia, España, Inglaterra, etc.), así como a Estados Unidos, y países de Asia, especialmente Japón. Guaraná está disponible en polvo o en pastillas.

Las semillas de guaraná contienen más de 4-8% de cafeína (25,000 a 75,000 ppm), así como pequeñas cantidades de teofilina (500 a 750 ppm) y teobromina (300 a 500 ppm). También contienen grandes cantidades de alcaloides, terpenos, taninos, flavonoides, almidón, saponinas y sustancias resinosas. Los supuestos efectos afrodisíacos y estimulantes del sistema nervioso y cardiovascular pueden atribuirse al contenido de cafeína, taninos y teofilina.

4.- FUNDAMENTO TEORICO

Los procesos para la extracción de la cafeína son varios, pero el más común de todos es el tratamiento de las bebidas con guaraná por medio de cloroformo, en el cual toda la cafeína contenida se disuelve. Luego se evapora lentamente el cloroformo y así queda un residuo, que todavía es necesario purificar. Este residuo se somete a una recristalización y se obtiene la cafeína purificada en forma de agujas cristalinas.

En este procedimiento, se utiliza el proceso de extracción como técnica para obtener la cafeína. Es la técnica más empleada para separar un producto orgánico de una mezcla de reacción o para aislarlo de sus fuentes naturales. La extracción es un proceso por el cual podemos aislar una sustancia o grupos de sustancias basándonos en la diferencia de

solubilidad de las mismas en un determinado disolvente. La extracción puede ser sólido – líquido o líquido – líquido en función del estado de la muestra.

Cuando se trata de una muestra sólida, se pulveriza y a continuación, se extraen los analitos mediante un disolvente en el que sean muy solubles, que los diferencie de las sustancias presentes en la matriz, que han de ser muy insolubles en ese disolvente.

Si se tienen dos líquidos inmiscibles entre sí formando dos fases líquidas, consiste en extraer los analitos de una muestra líquida mediante un disolvente inmiscible en ella, como puede ser una fase acuosa con un disolvente orgánico no miscible. El pH es fundamental para conseguir un buen rendimiento.

Una base como el carbonato de sodio, convierte a los taninos ácidos en sus respectivas sales de sodio, la cuáles son altamente solubles en agua por su naturaleza iónica. Aunque la cafeína es soluble en agua, es mucho más soluble en cloroformo y por eso puede ser extraída con este disolvente orgánico, mientras las sales de sodio del ácido gálico y los taninos permanecen en la fase acuosa.

El sulfato de sodio anhidro actúa eliminando toda el agua y las sales solubles en agua que permanecen en el cloroformo al ser transferidas accidentalmente en la decantación.

El disolvente orgánico puede ser eliminado fácilmente por evaporación (o mediante destilación dado que su punto de ebullición es 62°C, o mediante vacío usando un equipo de evaporación rotatoria), para obtener la cafeína libre.

Una vez separados los componentes de la mezcla, éstos deben ser purificados ya que en el proceso de su aislamiento las distintas fases orgánicas pueden contener algún componente que no se haya separado bien en la fase acuosa correspondiente.

Un sólido que se separa de una mezcla de reacción suele ir acompañado de impurezas, por lo que es necesario someterlo a un proceso posterior de purificación mediante la técnica que se denomina recristalización. Se debe recristalizar con una mínima cantidad de acetona-éter de petróleo, para dar lugar a pequeñas agujas de un sólido cristalino blanco.

5.- MATERIALES Y REACTIVOS

- Material del laboratorio:

- 1 matraz redondo de 500 ml
- 1 probeta de 100 ml
- 1 vaso de precipitados de 250 ml
- 1 soportes universales
- 1 nuez
- 2 gomas para refrigerante
- 1 refrigerante
- 1 manta calefactora
- 1 embudo Büchner
- 1 embudo de decantación de 500 ml
- 1 tapón perforado

1 matraz Kitasato de 250 ml
1 bureta de 50 ml
1 aro con nuez
1 matraz erlenmeyer de 250 ml
1 cápsula de porcelana
1 rejilla
1 imán
1 trípode
1 vidrio de reloj
1 espátula
1 varilla de vidrio
Papel de filtro
Gafas de seguridad
Guantes

- Equipo de laboratorio

Agitador magnético
Rotavapor
Mechero Bunsen
Balanza analítica

- Muestras

Materiales vegetales: Bebidas con guaraná

- Reactivos:

Agua destilada H₂O
Carbonato de sodio Na₂CO₃
Cloroformo CHCl₃
Sulfato de sodio anhidro Na₂SO₄
Éter de petróleo (C₂H₅)₂O
Acetona (CH₃)₂CO

6.- PRECAUCIONES O HECHOS A TENER EN CUENTA

Cloroformo

El procedimiento de evaporación del cloroformo se ha de realizar en una campana de ventilación, ya que se desprenden gases. Puede presentar efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación y posibles efectos cancerígenos. El vapor irrita el sistema respiratorio, las membranas mucosas, los ojos y la piel; el líquido quema, y su ingestión causa irritación y lesiones internas graves.

Éter de petróleo

Es un disolvente altamente inflamable, para su manejo se recomienda trabajar en el extractor y utilizar un baño de agua al calentarlo. El vapor causa irritación de la nariz y la garganta, sopor, mareo, confusión, desfallecimiento y en altas concentraciones, pérdida del conocimiento; la ingestión produce los mismos efectos. La inhalación persistente del éter en bajas concentraciones causa pérdida del apetito, mareo, fatiga y náusea; la inhalación o ingestión repetida conduce a la adicción al éter, cuyos síntomas son parecidos a los del alcoholismo crónico.

Acetona:

Es un disolvente altamente inflamable, para su manejo se recomienda trabajar en el extractor y utilizar un baño de agua al calentarlo. El vapor en concentraciones elevadas, irrita los ojos y la nariz y su inhalación causa mareos, narcosis y coma; el líquido irrita los ojos y puede afectarlos gravemente; la ingestión del líquido causa irritación gástrica, narcosis y coma.

Sulfato de sodio anhidro: Como medida de carácter general, trabajar en un lugar con buena ventilación. Es moderadamente tóxico por inhalación o vía subcutánea; levemente tóxico por ingestión oral; irrita los ojos y la piel.

Carbonato de sodio: Se recomienda trabajar en un lugar con buena ventilación. Es moderadamente tóxico por vía intravenosa, levemente tóxico por ingestión.

7.- PROCEDIMIENTO

A) Eliminación de dióxido de carbono

1. Añadir 150 ml bebida de guaraná en un vaso de precipitados de 250 ml.
2. Agregar unas pequeñas cantidades de Na_2CO_3 para neutralizar el ácido benzoico presente en estos líquidos.
3. Colocar un imán recubierto de material inerte químicamente en la disolución.
4. Agitar mediante un agitador magnético que gira a unas determinadas revoluciones por minuto, sin que se produzcan salpicaduras, durante 10 minutos.
5. Comprobar que en burbujeo ha cesado.

B) Extracción líquido-líquido

1. Colocar la solución en un embudo de decantación de 250 ml y añadir 15 de cloroformo.
2. Tapar, agitar suavemente durante unos minutos para evitar la formación de emulsiones y recoger la fase orgánica (la más densa).
3. Agregar otra vez otros 15 ml de cloroformo y extraer nuevamente.

C) Rotavapor

1. Pesar el matraz redondo perfectamente limpio y seco, e introducir las fases orgánicas resultantes de la extracción.
2. Agregar pequeñas cantidades de Na_2SO_4 anhidro al extracto orgánico para absorber el agua remanente.

3. Colocar en el rotavapor conectado a una bomba de vacío y poner el reóstato a 60 °C de temperatura.

En caso de no contar con un rotavapor se puede hacer una destilación simple cuidando que la temperatura no suba mucho (se puede emplear un baño de agua para calentar).

4. Dejar enfriar y pesar el matraz redondo con la cafeína sólida, obteniendo el rendimiento.

D) Recristalización

1. Disolver la cafeína en acetona, calentando y añadiendo a continuación éter de petróleo gota a gota hasta que aparezca una ligera turbidez.
2. Dejar enfriar lentamente a temperatura ambiente, hasta que aparezcan los cristales de cafeína purificada.
3. Filtrar los cristales al vacío.
4. Recoger los cristales en una cápsula de porcelana previamente tarada.
5. Dejar secar a temperatura ambiente (bien tapada) y pesar el contenido de cristales.

8.- CÁLCULOS

$$\text{Concentración media de cafeína \%p/V} = \frac{\text{mg de cristales de cafeína}}{\text{ml de bebida de guaraná}}$$

9.- TRACTAMIENTO DE LOS RESIDUOS

- La acetona y el éter de petróleo que queda como residuo en la recristalización pertenecen al grupo de residuos II (disolventes no halógenos) debido a que son líquidos orgánicos inflamables que contienen menos de un 2% en halógenos. Para la recolección de estos residuos, se debe proceder de manera separada de los demás tipos de residuos evitando mezclas de disolventes que sean inmiscibles ya que la aparición de fases diferentes dificulta el tratamiento posterior y deberá ser almacenado en el contenedor con etiqueta verde para su adecuada gestión.
- El CHCl_3 obtenido como residuo pertenece al grupo de residuos I (disolventes halógenos, que contiene un total de sustancia halogenada superior al 2%) y deberá ser almacenado en el contenedor con etiqueta roja para su adecuada gestión.

10.- BIBLIOGRAFIA

- Gokel D., Química Orgánica Experimental, Editorial Reverté, S.A., Barcelona, 1986.
- Harria D., Análisis Químico Cuantitativo, Editorial Reverté, S.A., 3ª Edición (sexta edición original), Barcelona, 2007.
- Barreto M., El mate: Su historia y su cultura, Ediciones del Sol S.R.L., 2ª Edición, Buenos Aires, 2006.
- Carvajal J., La Cafeína, Generalitat de Catalunya, Barcelona, 1988.
- NTP 480: La gestión de los residuos peligrosos en los laboratorios universitarios y de investigación
- NTP 276: Eliminación de residuos en el laboratorio: procedimientos generales
- NTP 464: Prevención del riesgo en el laboratorio químico: Operaciones básicas.

- FISQ: Carbonato de sodio (CAS: 497-19-8)
- FISQ: 3-004 Acetona (ICSC: 0087)
- FISQ: 3-065 Cloroformo (ICSC: 0027)
- FISQ: 5-167 Sulfato de sodio anhidro (ICSC: 0952)
- FISQ: Éter de petróleo (CAS: 8032-32-4)

ANEXO 2: FICHAS DE SEGURIDAD

2.1. FISQ: Acetona

<p>Nº CAS 67-64-1 Nº RTECS AL3150000 Nº ICSC 0087 Nº NU 1090 Nº CE 606-001-00-8</p>	<p>ACETONA Propanona Propan-2-ona Dimetil cetona $C_3H_6O/CH_3-CO-CH_3$ Masa molecular: 58.1</p>	
---	--	---

TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
INCENDIO	Altamente inflamable.	Evitar las llamas, NO producir chispas y NO fumar.	Polvo, espuma resistente al alcohol, agua en grandes cantidades, dióxido de carbono.
EXPLOSION	Las mezclas vapor/aire son explosivas.	Sistema cerrado, ventilación, equipo eléctrico y de alumbrado a prueba de explosión. NO utilizar aire comprimido para llenar, vaciar o manipular.	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones rociando con agua.
EXPOSICION			
INHALACION	Salivación, confusión mental, tos, vértigo, somnolencia, dolor de cabeza, dolor de garganta, pérdida del conocimiento.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo y proporcionar asistencia médica.
PIEL	Piel seca, enrojecimiento.	Guantes protectores.	Quitar las ropas contaminadas y aclarar la piel con agua abundante o ducharse.
OJOS	Enrojecimiento, dolor, visión borrosa. Posible daño en la córnea.	Gafas de protección de seguridad o pantalla facial. No llevar lentes de contacto.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto, si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.
INGESTION	Náuseas, vómitos (para mayor información, véase Inhalación).	No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	Enjuagar la boca y proporcionar asistencia médica.

DERRAMAS Y FUGAS	ALMACENAMIENTO	ENVASADO Y ETIQUETADO
Ventilar. Recoger el líquido procedente de la fuga en recipientes precintables, absorber el líquido residual en arena o absorbente inerte y trasladarlo a un lugar seguro. NO verterlo al alcantarillado. (Protección personal adicional: equipo autónomo de respiración).	A prueba de incendio. Separado de oxidantes fuertes.	símbolo F símbolo Xi R: 11-36-66-67 S: (2-)9-16-26 Clasificación de Peligros NU: 3 Grupo de Envasado NU: II CE:
VEASE AL DORSO INFORMACION IMPORTANTE		



D A T O S F I S I M P O R T A N T E S	<p>ESTADO FISICO; ASPECTO Líquido incoloro, de olor característico.</p> <p>PELIGROS FISICOS El vapor es más denso que el aire y puede extenderse a ras del suelo; posible ignición en punto distante.</p> <p>PELIGROS QUIMICOS La sustancia puede formar peróxidos explosivos en contacto con oxidantes fuertes tales como ácido acético, ácido nítrico y peróxido de hidrógeno. Reacciona con cloroformo y bromoformo en condiciones básicas, originando peligro de incendio y explosión. Ataca a los plásticos.</p> <p>LIMITES DE EXPOSICION TLV (como TWA): 750 ppm; 1780 mg/m³(ACGIH 1993-1994).</p>	<p>VIAS DE EXPOSICION La sustancia se puede absorber por inhalación y a través de la piel.</p> <p>RIESGO DE INHALACION Por evaporación de esta sustancia a 20°C, se puede alcanzar bastante rápidamente una concentración nociva en el aire alcanzándose mucho antes, si se dispersa.</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION El vapor de la sustancia irrita los ojos y el tracto respiratorio. La sustancia puede causar efectos en el sistema nervioso central, el hígado, el riñón y el tracto gastrointestinal.</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis. El líquido desengrasa la piel. La sustancia puede afectar a la sangre y a la médula ósea.</p>
PROPIEDADES FISICAS	Punto de ebullición: 56°C Punto de fusión: -95°C Densidad relativa (agua = 1): 0.8 Solubilidad en agua: Miscible Presión de vapor, kPa a 20°C: 24 Densidad relativa de vapor (aire = 1): 2.0	Densidad relativa de la mezcla vapor/aire a 20°C (aire = 1): 1.2 Punto de inflamación: -18°C c.c. Temperatura de autoignición: 465°C Límites de explosividad, % en volumen en el aire: 2.2-13 Coeficiente de reparto octanol/agua como log Pow: -0.24
DATOS AMBIENTALES		

NOTAS

El consumo de bebidas alcohólicas aumenta el efecto nocivo. Antes de la destilación comprobar si existen peróxidos; en caso positivo, eliminarlos.

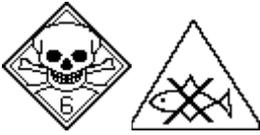
Ficha de emergencia de transporte (Transport Emergency Card): TEC (R)-30
Código NFPA: H 1; F 3; R 0; .

INFORMACION ADICIONAL

NOTA LEGAL IMPORTANTE:

Ni la CCE ni la IPCS ni sus representantes son responsables del posible uso de esta información. Esta ficha contiene la opinión colectiva del Comité Internacional de Expertos del IPCS y es independiente de requisitos legales. La versión española incluye el etiquetado asignado por la clasificación europea, actualizado a la vigésima adaptación de la Directiva 67/548/CEE traspuesta a la legislación española por el Real Decreto 363/95 (BOE 5.6.95).

2.2. FISQ: Cloroformo

<p>CLOROFORMO Triclorometano Tricloruro de metano CHCl₃ Masa molecular: 119.4</p>	
<p>Nº CAS 67-66-3 Nº RTECS FS9100000 Nº ICSC 0027 Nº NU 1888 Nº CE 602-006-00-4</p>	

TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
INCENDIO	No combustible (véanse Notas). En caso de incendio se desprenden humos (o gases) tóxicos e irritantes.		En caso de incendio en el entorno: están permitidos todos los agentes extintores.
EXPLOSION	Riesgo de incendio y explosión (véanse Peligros Químicos).		En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones rociando con agua.
EXPOSICION		¡HIGIENE ESTRICTA! ¡EVITAR LA EXPOSICION DE ADOLESCENTES Y NIÑOS!	
INHALACION	Tos, somnolencia, dolor de cabeza, náuseas.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo, respiración artificial si estuviera indicada y proporcionar asistencia médica.
PIEL	¡PUEDA ABSORBERSE! Enrojecimiento, dolor.	Guantes protectores y traje de protección.	Quitar las ropas contaminadas, aclarar la piel con agua abundante o ducharse y proporcionar asistencia médica.
OJOS	Enrojecimiento, dolor.	Pantalla facial o protección ocular combinada con la protección respiratoria.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.

INGESTION	Dolor abdominal, vómitos (para mayor información, véase Inhalación).	No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	Enjuagar la boca, dar a beber agua abundante, reposo y proporcionar asistencia médica.
------------------	--	--	--

DERRAMAS Y FUGAS	ALMACENAMIENTO	ENVASADO Y ETIQUETADO
Evacuar la zona de peligro. Consultar a un experto. Recoger, en la medida de lo posible, el líquido que se derrama y el ya derramado en recipientes herméticos, absorber el líquido residual en arena o absorbente inerte y trasladarlo a un lugar seguro. NO permitir que este producto químico se incorpore al ambiente. (Protección personal adicional: equipo autónomo de respiración).	Separado de oxidantes fuertes, bases fuertes, metales, acetona y alimentos y piensos. Mantener en la oscuridad. Ventilación a ras del suelo.	Envase irrompible; colocar el envase frágil dentro de un recipiente irrompible cerrado. No transportar con alimentos y piensos. símbolo Xn R: 22-38-40-48/20/22 S: (2-)36/37 Clasificación de Peligros NU: 6.1 Grupo de Envasado NU: III Contaminante marino. CE:
VEASE AL DORSO INFORMACION IMPORTANTE		



DATOS IMPORTANTES	<p>ESTADO FISICO; ASPECTO Líquido incoloro, de olor característico.</p> <p>PELIGROS FISICOS El vapor es más denso que el aire.</p> <p>PELIGROS QUIMICOS En contacto con superficies calientes o con llamas esta sustancia se descompone formando humos tóxicos e irritantes (cloruro de hidrógeno, fosgeno, cloro). La sustancia se descompone lentamente bajo la influencia del aire y la luz. Reacciona violentamente con bases fuertes, oxidantes fuertes, algunos metales, tales como aluminio, litio, magnesio, potasio, sodio y acetona, originando peligro de incendio y explosión. Ataca al plástico, al caucho y a los recubrimientos.</p> <p>LIMITES DE EXPOSICION TLV (como TWA): 10 ppm A2; 49 mg/m³A2 (ACGIH 1993-1994).</p>	<p>VIAS DE EXPOSICION La sustancia se puede absorber por inhalación, a través de la piel y por ingestión.</p> <p>RIESGO DE INHALACION Por evaporación de esta sustancia a 20°C se puede alcanzar muy rápidamente una concentración nociva en el aire.</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION La sustancia irrita los ojos. La sustancia puede causar efectos en el corazón, el hígado, el riñón y en el sistema nervioso central, dando lugar a una pérdida del conocimiento. Los efectos pueden aparecer de forma no inmediata. Se recomienda vigilancia médica.</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis. Esta sustancia es posiblemente carcinógena</p>
--------------------------	--	--

	para los seres humanos.
PROPIEDADES FÍSICAS	Punto de ebullición: 62°C Punto de fusión: -64°C Densidad relativa (agua = 1): 1.48 Solubilidad en agua, g/100 ml a 20°C: 0.8 Presión de vapor, kPa a 20°C: 21.2 Densidad relativa de vapor (aire = 1): 4.12 Densidad relativa de la mezcla vapor/aire a 20°C (aire = 1): 1.7 Coeficiente de reparto octanol/agua como log Pow: 1.97
DATOS AMBIENTALES	Esta sustancia puede ser peligrosa para el ambiente; debería prestarse atención especial al agua. 
NOTAS	
Se puede volver combustible por la adición de pequeñas cantidades de una sustancia inflamable o por el aumento del contenido de oxígeno en el aire. El consumo de bebidas alcohólicas aumenta el efecto nocivo. Está indicado examen médico periódico dependiendo del grado de exposición. La alerta por el olor es insuficiente. NO utilizar cerca de un fuego, una superficie caliente o mientras se trabaja en soldadura.	
Ficha de emergencia de transporte (Transport Emergency Card): TEC (R)-146 Código NFPA: H 2; F 0; R 0;	

INFORMACION ADICIONAL

NOTA LEGAL IMPORTANTE:	Ni la CCE ni la IPCS ni sus representantes son responsables del posible uso de esta información. Esta ficha contiene la opinión colectiva del Comité Internacional de Expertos del IPCS y es independiente de requisitos legales. La versión española incluye el etiquetado asignado por la clasificación europea, actualizado a la vigésima adaptación de la Directiva 67/548/CEE traspuesta a la legislación española por el Real Decreto 363/95 (BOE 5.6.95).
-------------------------------	--

2.3. FISQ: Sulfato de sodio anhidro

<p>SULFATO DE SODIO Sulfato sódico (anhidro) Na₂SO₄ Masa molecular: 142.1</p> <p>Nº CAS 7757-82-6 Nº RTECS WE1650000 Nº ICSC 0952</p>

TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
INCENDIO	No combustible. En caso de incendio se desprenden humos (o gases) tóxicos e irritantes.		En caso de incendio en el entorno: están permitidos todos los agentes extintores.
EXPLOSION			
EXPOSICION			
INHALACION		Ventilación.	Aire limpio, reposo.
PIEL		Guantes protectores.	Aclarar y lavar la piel con agua y jabón.
OJOS		Gafas de protección de seguridad.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.
INGESTION	Dolor abdominal, diarrea, náuseas, vómitos.	No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	Provocar el vómito (¡UNICAMENTE EN PERSONAS CONSCIENTES!) y proporcionar asistencia médica.

DERRAMAS Y FUGAS	ALMACENAMIENTO	ENVASADO Y ETIQUETADO
-------------------------	-----------------------	------------------------------

<p>Barrer la sustancia derramada e introducirla en un recipiente tapado; si fuera necesario, humedecer el polvo para evitar su dispersión. (Protección personal adicional: respirador de filtro P1 contra partículas inertes).</p>		
VEASE AL DORSO INFORMACION IMPORTANTE		

D A T O S I M P O R T A N T E S	<p>ESTADO FISICO; ASPECTO Sólido higroscópico blanco en diversas formas, inodoro.</p> <p>PELIGROS FISICOS</p> <p>PELIGROS QUIMICOS</p> <p>LIMITES DE EXPOSICION TLV no establecido.</p>	<p>VIAS DE EXPOSICION La sustancia se puede absorber por inhalación y por ingestión.</p> <p>RIESGO DE INHALACION La evaporación a 20°C es despreciable; sin embargo, se puede alcanzar rápidamente una concentración molesta de partículas en el aire.</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA</p>
PROPIEDADES FISICAS	<p>Punto de fusión: 888°C Densidad relativa (agua = 1): 2.7</p>	<p>Solubilidad en agua: Muy elevada.</p>
DATOS AMBIENTALES		
NOTAS		

INFORMACION ADICIONAL

NOTA LEGAL IMPORTANTE:

Ni la CCE ni la IPCS ni sus representantes son responsables del posible uso de esta información. Esta ficha contiene la opinión colectiva del Comité Internacional de Expertos del IPCS y es independiente de requisitos legales. La versión española incluye el etiquetado asignado por la clasificación europea, actualizado a la vigésima adaptación de la Directiva 67/548/CEE traspuesta a la legislación española por el Real Decreto 363/95 (BOE 5.6.95).

2.4. FISQ: Carbonato de sodio

<p style="text-align: center;">241648 Sodio Carbonato anhidro EQP-ACS-ISO</p> <p>Identificación de la sustancia/preparado y de la sociedad o empresa</p> <p>1.1 Identificación de la sustancia o del preparado</p> <p>Denominación: Sodio Carbonato anhidro</p> <p>1.2 Uso de la sustancia o preparado:</p> <p>Para usos de laboratorio, análisis, investigación y química fina.</p> <p>1.3 Identificación de la sociedad o empresa:</p> <p>PANREAC QUIMICA, S.A.U. C/Garraf, 2 Polígono Pla de la Bruguera E-08211 Castellar del Vallès (Barcelona) España Tel. (+34) 937 489 400 e-mail: product.safety@panreac.com Urgencias: Número único de teléfono para llamadas de urgencia: 112 (UE) Tel.:(+34) 937 489 499</p>
<p>Identificación de los peligros</p> <p>Irrita los ojos.</p>
<p>Composición/Información de los componentes</p> <p>Denominación: Sodio Carbonato anhidro Fórmula: CNa_2O_3 M.=105,99 CAS [497-19-8] Número CE (EINECS): 207-838-8 Número de índice CE: 011-005-00-2</p>
<p>Primeros auxilios</p> <p>4.1 Indicaciones generales:</p> <p>En caso de pérdida del conocimiento nunca dar a beber ni provocar el vómito.</p> <p>4.2 Inhalación:</p> <p>Trasladar a la persona al aire libre.</p> <p>4.3 Contacto con la piel:</p> <p>Lavar abundantemente con agua. Quitarse las ropas contaminadas.</p> <p>4.4 Ojos:</p> <p>Lavar con agua abundante (mínimo durante 15 minutos), manteniendo los párpados abiertos. Pedir atención médica.</p> <p>4.5 Ingestión:</p> <p>Beber agua abundante. Provocar el vómito. Pedir atención médica.</p>

Medidas de lucha contra incendio

- 5.1 **Medios de extinción adecuados:**
Los apropiados al entorno.
- 5.2 **Medios de extinción que NO deben utilizarse:**

- 5.3 **Riesgos especiales:**
Incombustible.
- 5.4 **Equipos de protección:**

Medidas a tomar en caso de vertido accidental

- 6.1 **Precauciones individuales:**
No inhalar el polvo.
- 6.2 **Precauciones para la protección del medio ambiente:**

- 6.3 **Métodos de recogida/limpieza:**
Recoger en seco y depositar en contenedores de residuos para su posterior eliminación de acuerdo con las normativas vigentes. Limpiar los restos con agua abundante.

Manipulación y almacenamiento

- 7.1 **Manipulación:**
Sin indicaciones particulares.
- 7.2 **Almacenamiento:**
Recipientes bien cerrados. Ambiente seco. Temperatura ambiente. No almacenar en recipientes de metales ligeros.

Controles de exposición/protección personal

- 8.1 **Medidas técnicas de protección:**

- 8.2 **Control límite de exposición:**

- 8.3 **Protección respiratoria:**
En caso de formarse polvo, usar equipo respiratorio adecuado.
- 8.4 **Protección de las manos:**
Usar guantes apropiados
- 8.5 **Protección de los ojos:**
Usar gafas apropiadas.
- 8.6 **Medidas de higiene particulares:**
Quitarse las ropas contaminadas. Usar ropa de trabajo adecuada. Lavarse las

manos antes de las pausas y al finalizar el trabajo.

8.7 Controles de la exposición del medio ambiente:

Cumplir con la legislación local vigente sobre protección del medio ambiente.

El proveedor de los medios de protección debe especificar el tipo de protección que debe usarse para la manipulación del producto, indicando el tipo de material y, cuando proceda, el tiempo de penetración de dicho material, en relación con la cantidad y la duración de la exposición.

Propiedades físicas y químicas

Aspecto:

Sólido blanco.

Olor:

Inodoro.

pH 11,5(50g/l)

Punto de fusión : 851°C

Densidad (20/4): 2,53

Solubilidad: 210 g/l en agua a 20°C

Estabilidad y reactividad

10.1 Condiciones que deben evitarse:

10.2 Materias que deben evitarse:

Acido sulfúrico concentrado. Aluminio. Metales alcalinotérreos en polvo. Compuestos orgánicos de nitrógeno. Flúor. Metales alcalinos. Oxidos no metálicos./ Calor.

10.3 Productos de descomposición peligrosos:

10.4 Información complementaria:

Información toxicológica

11.1 Toxicidad aguda:

DL₅₀ oral rata: 4090 mg/kg

CL₅₀ inh rata: 2300 mg/m³/2h

11.2 Efectos peligrosos para la salud:

Por inhalación del polvo: Irritaciones en vias respiratorias.

En contacto con la piel: irritaciones.

Por contacto ocular: irritaciones.

Por ingestión: Irritaciones en mucosas de la boca, garganta, esófago y tracto intestinal.

Observar las precauciones habituales en el manejo de productos químicos.

Información Ecológica

12.1 Movilidad :

12.2 Ecotoxicidad :

12.2.1 - Test EC₅₀ (mg/l) :

12.2.2 - Medio receptor :

Riesgo para el medio acuático = Bajo

Riesgo para el medio terrestre = Bajo

12.2.3 - Observaciones :

Efectos leves por desviación del pH.

12.3 Degradabilidad :

12.3.1 - Test :-----

12.3.2 - Clasificación sobre degradación biótica :

DBO₅/DQO Biodegradabilidad = -----

12.3.3 - Degradación abiótica según pH : -----

12.3.4 - Observaciones :

12.4 Acumulación :

12.4.1 - Test :

12.4.2 - Bioacumulación :

Riesgo = -----

12.4.3 - Observaciones :

12.5 Otros posibles efectos sobre el medio natural :

Manteniendo las condiciones adecuadas de manejo no cabe esperar problemas ecológicos.

Consideraciones sobre la eliminación

13.1 Sustancia o preparado:

En la Unión Europea no están establecidas pautas homogéneas para la eliminación de residuos químicos, los cuales tienen carácter de residuos especiales, quedando sujetos su tratamiento y eliminación a los reglamentos internos de cada país. Por tanto, en cada caso, procede contactar con la autoridad competente, o bien con los gestores legalmente autorizados para la eliminación de residuos.

2001/573/CE: Decisión del Consejo, de 23 de julio de 2001, por la que se modifica la Decisión 2000/532/CE de la Comisión en lo relativo a la lista de residuos.

Directiva 91/156/CEE del Consejo de 18 de marzo de 1991 por la que se modifica la Directiva 75/442/CEE relativa a los residuos.

En España: Ley 10/1998, de 21 de abril, de Residuos. Publicada en BOE 22/04/98.

ORDEN MAM/304/2002, de 8 de febrero, por la que se publican las operaciones de valorización y eliminación de residuos y la lista europea de residuos. Publicada en BOE 19/02/02.

13.2 Envases contaminados:

Los envases y embalajes contaminados de sustancias o preparados peligrosos, tendrán el mismo tratamiento que los propios productos contenidos.

Directiva 94/62/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, de 20 de diciembre de 1994, relativa a los envases y residuos de envases.

En España: Ley 11/1997, de 24 de abril, de Envases y Residuos de Envases.

Publicada en BOE 25/04/97.

Real Decreto 782/1998, de 30 de abril, por el que se aprueba el Reglamento para el desarrollo y ejecución de la Ley 11/1997, de 24 de abril, de Envases y Residuos de Envases. Publicado en BOE 01/05/98.

Información relativa al transporte

Información reglamentaria

15.1 Etiquetado según REACH



Símbolos:

Indicaciones de peligro: Irritante

Frases R: 36 Irrita los ojos.

Frases S: 22-26 No respirar el polvo. En caso de contacto con los ojos, lávense inmediata y abundantemente con agua y acúdase a un médico.

Número de índice CE: 011-005-00-2

Otras informaciones

Número y fecha de la revisión: 0 14.05.09

Los datos consignados en la presente Ficha de Datos de Seguridad, están basados en nuestros actuales conocimientos, teniendo como único objeto informar sobre aspectos de seguridad y no garantizándose las propiedades y características en ella indicadas.

2.5. FISQ: Éter de petróleo

<p style="text-align: center;">142701 Eter de Petróleo 60-80°C PRS</p> <p>Identificación de la sustancia/preparado y de la sociedad o empresa</p> <p>1.1 Identificación de la sustancia o del preparado</p> <p>Denominación: Eter de Petróleo 60-80°C</p> <p>1.2 Uso de la sustancia o preparado:</p> <p>Para usos de laboratorio, análisis, investigación y química fina.</p> <p>1.3 Identificación de la sociedad o empresa:</p> <p>PANREAC QUIMICA, S.A.U. C/Garraf, 2 Polígono Pla de la Bruguera E-08211 Castellar del Vallès (Barcelona) España Tel. (+34) 937 489 400 e-mail: product.safety@panreac.com Urgencias: Número único de teléfono para llamadas de urgencia: 112 (UE) Tel.:(+34) 937 489 499</p>
<p>Identificación de los peligros</p> <p>Fácilmente inflamable. Irrita la piel. Nocivo: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación. Tóxico para los organismos acuáticos, puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente acuático. Posible riesgo de perjudicar la fertilidad. Nocivo: si se ingiere puede causar daño pulmonar. La inhalación de vapores puede provocar somnolencia y vértigo. "Restringido a usos profesionales" según Directiva 97/56/CE.</p>
<p>Composición/Información de los componentes</p> <p>Mezcla de hidrocarburos compuesta principalmente por: 3-metilpentano, n-hexano.</p> <p>Denominación: Eter de Petróleo 60-80°C CAS [64742-49-0] Número CE (EINECS): 265-151-9 Número de índice CE: 649-328-00-1</p>
<p>Primeros auxilios</p> <p>4.1 Indicaciones generales:</p> <p>En caso de pérdida del conocimiento nunca dar a beber ni provocar el vómito.</p> <p>4.2 Inhalación:</p> <p>Trasladar a la persona al aire libre. En caso de asfixia proceder a la respiración artificial.</p> <p>4.3 Contacto con la piel:</p> <p>Lavar abundantemente con agua. Quitarse las ropas contaminadas.</p>

4.4 Ojos:

Lavar con agua abundante manteniendo los párpados abiertos. Pedir atención médica.

4.5 Ingestión:

Riesgo de aspiración. Pedir atención médica. Administrar aceite de vaselina como laxante (3 ml/kg). Administrar solución de carbón activo de uso médico. No beber leche. Evitar el lavado de estómago. No administrar aceites digestivos.

Medidas de lucha contra incendio

5.1 Medios de extinción adecuados:

Dióxido de carbono (CO₂). Espuma. Polvo seco.

5.2 Medios de extinción que NO deben utilizarse:

5.3 Riesgos especiales:

Inflamable. Mantener alejado de fuentes de ignición. Los vapores son más pesados que el aire, por lo que pueden desplazarse a nivel del suelo. Puede formar mezclas explosivas con aire.

5.4 Equipos de protección:

Medidas a tomar en caso de vertido accidental

6.1 Precauciones individuales:

No inhalar los vapores.

6.2 Precauciones para la protección del medio ambiente:

No permitir el paso al sistema de desagües. Evitar la contaminación del suelo, aguas y desagües.

6.3 Métodos de recogida/limpieza:

Recoger con materiales absorbentes (Absorbente General Panreac, Kieselguhr, etc.) o en su defecto arena o tierra secas y depositar en contenedores para residuos para su posterior eliminación de acuerdo con las normativas vigentes. Limpiar los restos con agua abundante.

Manipulación y almacenamiento

7.1 Manipulación:

Evitar la formación de cargas electrostáticas.

7.2 Almacenamiento:

Recipientes bien cerrados. En local bien ventilado. Alejado de fuentes de ignición y calor. Temperatura ambiente. No almacenar en recipientes de plástico.

Controles de exposición/protección personal

8.1 Medidas técnicas de protección:

Asegurar una buena ventilación y renovación de aire del local.

8.2 Control límite de exposición:

8.3 Protección respiratoria:

En caso de formarse vapores/aerosoles, usar equipo respiratorio adecuado.

8.4 Protección de las manos:

Usar guantes apropiados

8.5 Protección de los ojos:

Usar gafas apropiadas.

8.6 Medidas de higiene particulares:

Quitarse las ropas contaminadas. Usar ropa de trabajo adecuada. Lavarse manos y cara antes de las pausas y al finalizar el trabajo.

8.7 Controles de la exposición del medio ambiente:

Cumplir con la legislación local vigente sobre protección del medio ambiente.

El proveedor de los medios de protección debe especificar el tipo de protección que debe usarse para la manipulación del producto, indicando el tipo de material y, cuando proceda, el tiempo de penetración de dicho material, en relación con la cantidad y la duración de la exposición.

Propiedades físicas y químicas

Aspecto:

Líquido transparente e incoloro.

Olor:

Característico.

Punto de ebullición :60-80°C

Punto de inflamación : -18°C

Temperatura de auto ignición : 250°C

Límites de explosión (inferior/superior): 0,6 / 8 Vol. %

Presión de vapor: (20°C) 350 hPa

Densidad (20/4): 0,67

Solubilidad: Inmiscible con agua.

Estabilidad y reactividad

10.1 Condiciones que deben evitarse:

Temperaturas elevadas.

10.2 Materias que deben evitarse:

Agentes oxidantes fuertes. Goma.

10.3 Productos de descomposición peligrosos:

10.4 Información complementaria:

Información toxicológica

11.1 Toxicidad aguda:

CL₅₀ inh rata: 3400 ppm/4h.

11.2 Efectos peligrosos para la salud:

En contacto con la piel: irritaciones.
Por contacto ocular: irritaciones.
Por inhalación de vapores: Irritaciones en vías respiratorias.
Por ingestión: náuseas. Riesgo de aspiración al vomitar. Puede provocar neumonía.
Por absorción de grandes cantidades: dolores de cabeza, vértigo, ansiedad, espasmos, trastornos cardiovasculares.

Información Ecológica

12.1 Movilidad :

12.2 Ecotoxicidad :

12.2.1 - Test EC₅₀ (mg/l) :

Peces (Leuciscus Idus) = 159 mg/l ; Clasificación : Altamente tóxico.

Animales p. alimentación de peces = 70 mg/l ; Clasificación : Extremadamente tóxico.

12.2.2 - Medio receptor :

Riesgo para el medio acuático = Alto

Riesgo para el medio terrestre = Medio

12.2.3 - Observaciones :

Ecotoxicidad aguda en función de la concentración del vertido.

12.3 Degradabilidad :

12.3.1 - Test :-----

12.3.2 - Clasificación sobre degradación biótica :

DBO₅/DQO Biodegradabilidad = -----

12.3.3 - Degradación abiótica según pH : -----

12.3.4 - Observaciones :

Producto biodegradable.

12.4 Acumulación :

12.4.1 - Test :

12.4.2 - Bioacumulación :

Riesgo = -----

12.4.3 - Observaciones :

Datos no disponibles.

12.5 Otros posibles efectos sobre el medio natural :

Producto poco contaminante. Riesgo de formación de vapores explosivos sobre la superficie del agua. Peligroso para el agua potable. No permitir su incorporación al suelo ni a acuíferos.

Consideraciones sobre la eliminación

13.1 Sustancia o preparado:

En la Unión Europea no están establecidas pautas homogéneas para la eliminación de residuos químicos, los cuales tienen carácter de residuos especiales, quedando sujetos su tratamiento y eliminación a los reglamentos internos de cada país. Por tanto, en cada caso, procede contactar con la autoridad competente, o bien con los gestores legalmente autorizados para la eliminación de residuos.

2001/573/CE: Decisión del Consejo, de 23 de julio de 2001, por la que se modifica la Decisión 2000/532/CE de la Comisión en lo relativo a la lista de residuos.

Directiva 91/156/CEE del Consejo de 18 de marzo de 1991 por la que se modifica la Directiva 75/442/CEE relativa a los residuos.

En España: Ley 10/1998, de 21 de abril, de Residuos. Publicada en BOE 22/04/98.

ORDEN MAM/304/2002, de 8 de febrero, por la que se publican las operaciones de valorización y eliminación de residuos y la lista europea de residuos. Publicada en BOE 19/02/02.

13.2 Envases contaminados:

Los envases y embalajes contaminados de sustancias o preparados peligrosos, tendrán el mismo tratamiento que los propios productos contenidos.

Directiva 94/62/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, de 20 de diciembre de 1994, relativa a los envases y residuos de envases.

En España: Ley 11/1997, de 24 de abril, de Envases y Residuos de Envases. Publicada en BOE 25/04/97.

Real Decreto 782/1998, de 30 de abril, por el que se aprueba el Reglamento para el desarrollo y ejecución de la Ley 11/1997, de 24 de abril, de Envases y Residuos de Envases. Publicado en BOE 01/05/98.

Información relativa al transporte

Terrestre (ADR):

Denominación técnica: DESTILADOS DEL PETROLEO, N.E.P.

ONU 1268 Clase: 3 Grupo de embalaje: II (D/E)

Marítimo (IMDG):

Denominación técnica: DESTILADOS DEL PETROLEO, N.E.P.

ONU 1268 Clase: 3 Grupo de embalaje: II

Aéreo (ICAO-IATA):

Denominación técnica: Destilados de petróleo, n.e.p.

ONU 1268 Clase: 3 Grupo de embalaje: II

Instrucciones de embalaje: CAO 307 PAX 305

Información reglamentaria

15.1 Etiquetado según REACH



Símbolos:

Indicaciones de peligro: Fácilmente inflamable Nocivo Peligroso para medio ambiente

Frases R: 11-38-48/20-51/53-62-65-67 Fácilmente inflamable. Irrita la piel. Nocivo: riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación. Tóxico para los organismos acuáticos, puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente acuático. Posible riesgo de perjudicar la fertilidad. Nocivo: si se ingiere puede causar daño pulmonar. La inhalación de vapores puede provocar somnolencia y vértigo.

Frases S: 16-23c-24-33-36/37-61-62 Conservar alejado de toda llama o fuente de chispas - No fumar. No respirar los vapores. Evítese el contacto con la piel. Evítese la acumulación de cargas electrostáticas. Usense indumentaria y guantes de protección adecuados. Evítese su liberación al medio ambiente. Recábense instrucciones específicas de la ficha de datos de seguridad. En caso de ingestión no provocar el vómito: acuda inmediatamente al médico y muéstrele la etiqueta o el envase.

Número de índice CE: 649-328-00-1

Otras informaciones

Número y fecha de la revisión: 2 14.05.09

Respecto a la revisión anterior, se han producido cambios en los apartados: 3, 15.

Los datos consignados en la presente Ficha de Datos de Seguridad, están basados en nuestros actuales conocimientos, teniendo como único objeto informar sobre aspectos de seguridad y no garantizándose las propiedades y características en ella indicadas.

ANEXO 3: DIAGRAMA DE GANNT

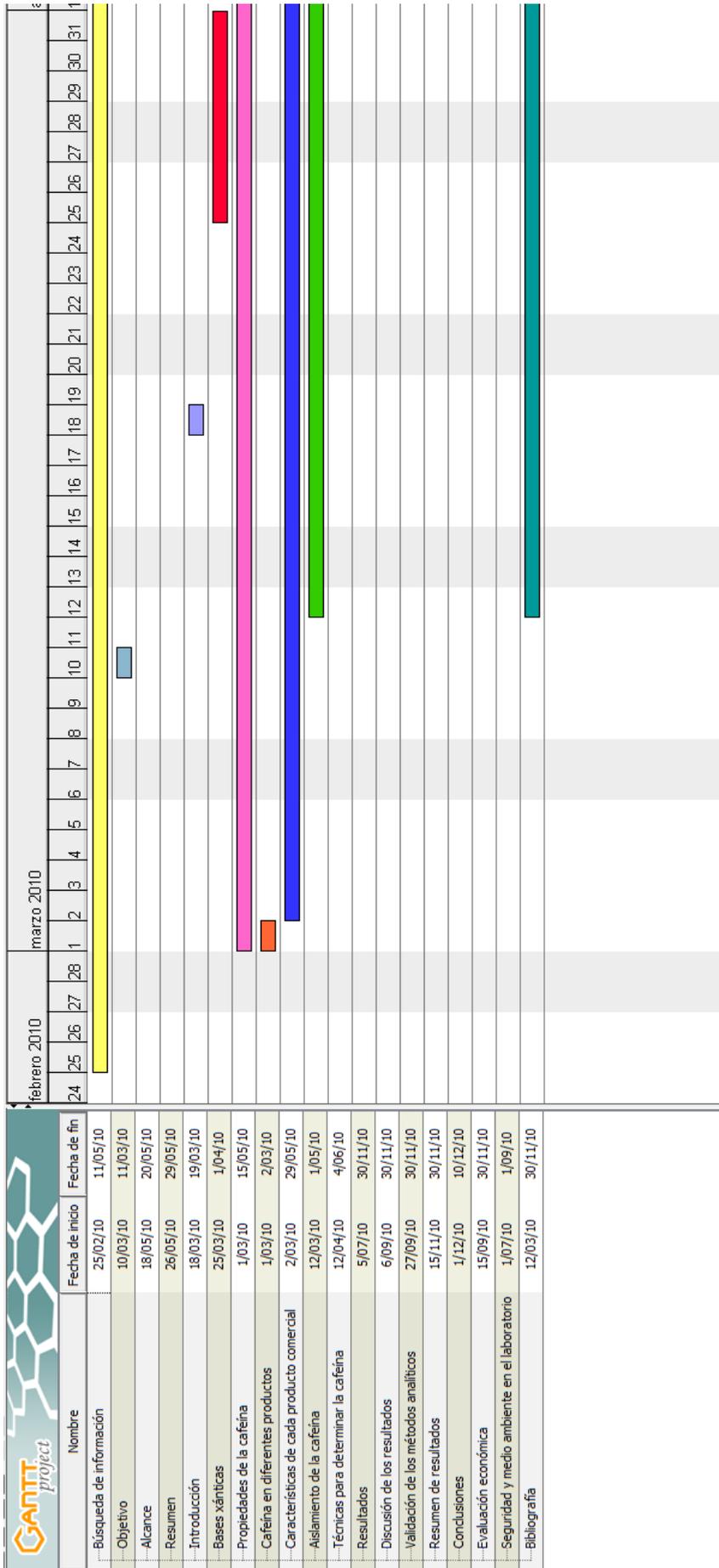
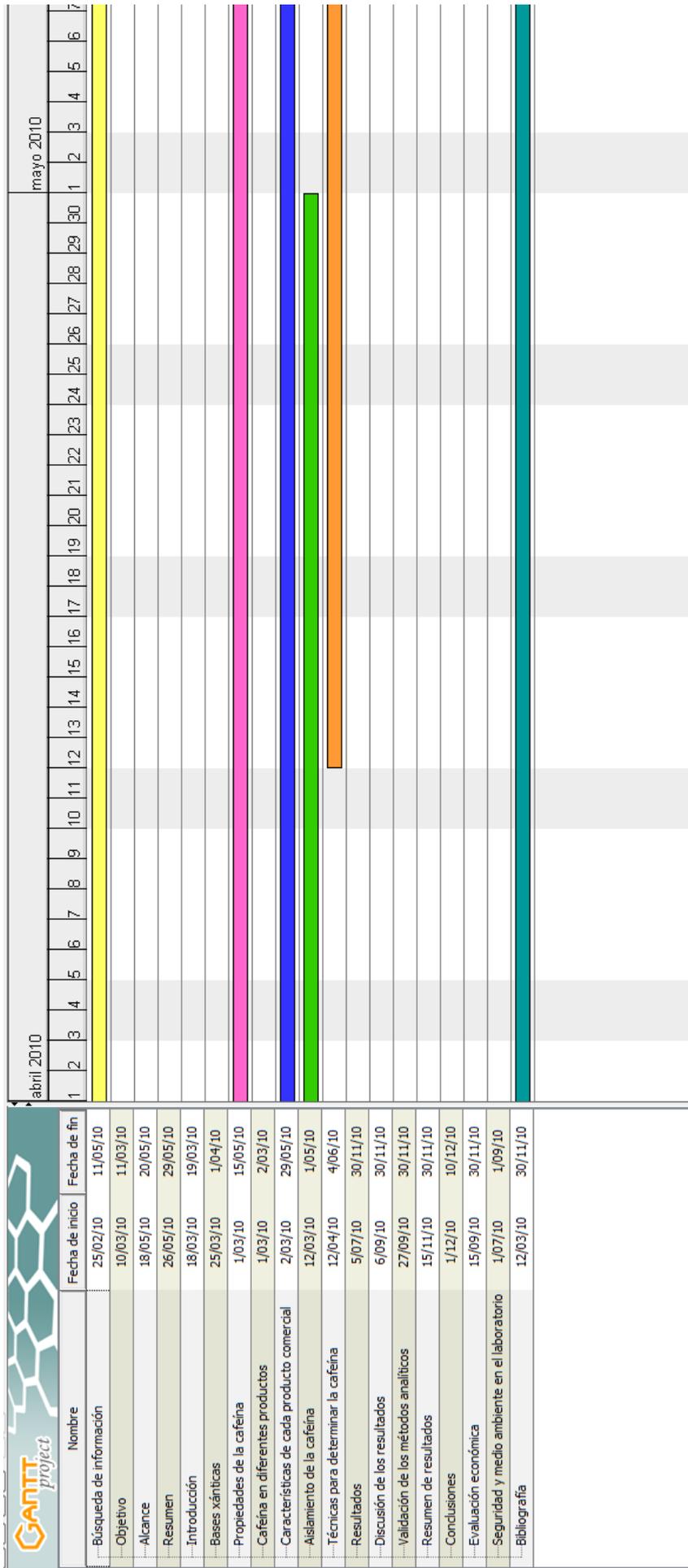


Diagrama de Gantt



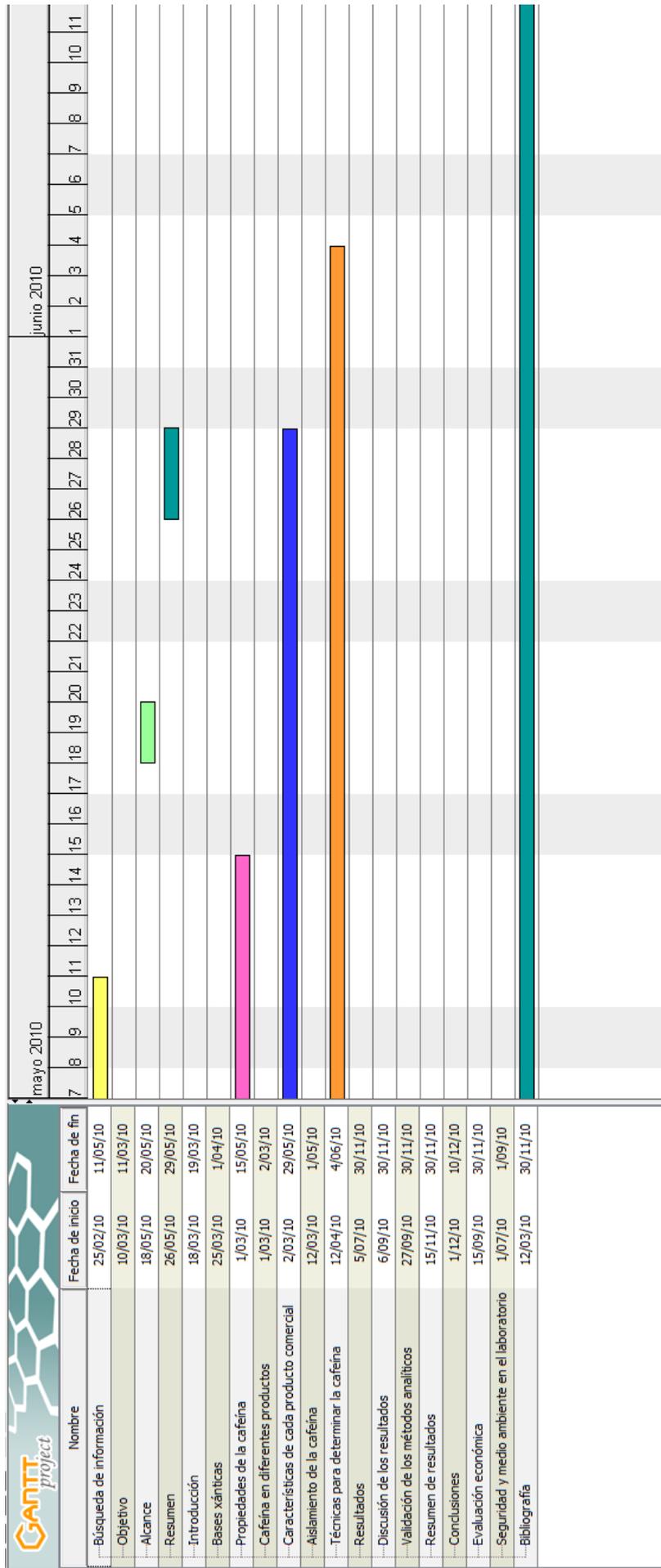


Diagrama de Gantt

