

## Tesis Doctoral

# Estudio sobre la recuperación de cafeína en residuos provenientes de la tostación del café

Fernández Llanos, Manuel A.

1945

Tesis presentada para obtener el grado de Doctor en Química  
de la Universidad de Buenos Aires

Este documento forma parte de la colección de tesis doctorales y de maestría de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en [digital.bl.fcen.uba.ar](http://digital.bl.fcen.uba.ar). Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the Master's and Doctoral Theses Collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in [digital.bl.fcen.uba.ar](http://digital.bl.fcen.uba.ar). It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

**Cita tipo APA:**

Fernández Llanos, Manuel A. (1945). Estudio sobre la recuperación de cafeína en residuos provenientes de la tostación del café. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. [http://hdl.handle.net/20.500.12110/tesis\\_n0399\\_FernandezLlanos](http://hdl.handle.net/20.500.12110/tesis_n0399_FernandezLlanos)

**Cita tipo Chicago:**

Fernández Llanos, Manuel A. "Estudio sobre la recuperación de cafeína en residuos provenientes de la tostación del café". Tesis de Doctor. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 1945.  
[http://hdl.handle.net/20.500.12110/tesis\\_n0399\\_FernandezLlanos](http://hdl.handle.net/20.500.12110/tesis_n0399_FernandezLlanos)

**EXACTAS** UBA

Facultad de Ciencias Exactas y Naturales



**UBA**

Universidad de Buenos Aires

UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES  
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS, FISICAS Y NATURALES

--- o ---

ESTUDIO SOBRE LA RECUPERACION DE CAFEINA EN  
RESIDUOS PROVENIENTES DE LA TOSTACION DEL CAFE

--- o ---

*Tesis* 399

TRABAJO DE TESIS PRESENTADO PARA OPTAR AL GRADO  
DE DOCTOR EN QUIMICA

por

MANUEL A. FERNANDEZ LLANOS.

= 1945 =

TRABAJO DE TESIS DIRIGIDO

por el

DOCTOR CARLOS GRIOT

=== oOo ===

Expreso mi agradecimiento al Dr. Carlos Griet, que ha contribuido tan eficazmente en la realización del presente trabajo.- A mi gran amigo, el Dr. Juan F. Spangenberg, que me facilitara el horno eléctrico empleado en las experiencias de sublimación.-

Así también como a todas las personas que directa o indirectamente han facilitado su ejecución.-

" MEDIR CUANTO SEA MENSURABLE E INTENTAR HACER  
MENSURABLE LO QUE TODAVIA NO LO SEA ".

GALILEO.

ESTUDIO SOBRE LA RECUPERACION DE CAFEINA EN RESIDUOS  
PROVENIENTES DE LA TOSTACION DEL CAFE

-----o-----

Los fines perseguidos al emprender este estudio fueron los siguientes:

- 1º) Determinar cuantitativamente la cafeina existente en los residuos resultantes de la torrefacción del café.
- 2º) Somera investigación comparativa entre métodos de extracción conocidos y a ensayar.
- 3º) Ensayar la extracción de cafeina por método directo de sublimación utilizando con ese objeto un horno eléctrico.
- 4º) Considerar las ventajas e inconvenientes de los métodos en estudio.
- 5º) Estudiar en principio la posibilidad de industrializar la obtención de cafeina del residuo de los tostadores de café en base a las experiencias realizadas.

Los temas mencionados se uraban en forma conjunta, al desarrollar la marcha de la experimentación en el laboratorio.

Antecedentes:

La cafeina responde a la fórmula 1-3-7 Trimevil-Xantina habiendo sido descubierta en 1820 por Runge en el café, señalada más tarde por Stenhouse (1843) en la yerba mate e individualizada por Aulfield en la nuez de Kola (1), (5).

Se halla al estado de sales labiles o libre (2) en

el Té.....	2,5 - 4,5 %
Café .....	1- 1,5 %
Yerba mate.....	1,5 %

Guarana ..... 5 %

Nuez de kola ..... 5 %

y las bebidas preparadas del modo usual con el Té, Café y Yerba Mate, contienen: (3)

Te ..... 0,018 g. %

Café ..... 0,011 g. %

Mate ..... 0,022 g. %

Los métodos de extracción cuantitativa de la cafeína a partir de las respectivas materias primas son en esencia los mismos con pequeñas modificaciones inherentes a cada caso, como son por ejemplo las indicadas para el café glaceado. (4). En particular en los métodos conocidos para la extracción de cafeína del café, se observa a través de los trabajos realizados por innumerables investigadores, pequeñas modificaciones.

Los métodos debidos a K. Lendrich, E. Nottbohm, Gorter, G. Fendler y Stuber (6), (7), (8) no dan exactos resultados, pues hay una retención de cafeína por parte del líquido siruposo proveniente de la concentración de la solución cafeínica previa extracción acuosa. Correcciones en este sentido se observan en los métodos de J. Lukas y Jilek A. (9), Virchow C. (10), Bonifazi G. (11).

El método oficial adoptado por el A.O.A.C. es el de Power Chesnut (12).

En cuanto al empleo de agentes clarificantes es grande el número de los ensayos por los diferentes autores. F. Rosa-Mayo (4) usa el carbón vegetal en medio ácido y neutraliza

con hidróxido de sodio para hacer luego la extracción con cloroformo.

Giuseppe Scotti (13) usa el acetato de aluminio y permanganato de potasio descomponiendo luego el exceso de permanganato con agua oxigenada.

H.Jesser (14) en su trabajo sobre determinación de cafeína en extracto de café hace uso de solución de permanganato de potasio al 2% a la que agrega solución de sulfato de cobre al 20%; tiosulfato de sodio y hidróxido de sodio 0,5 N; esta modificación en el método de purificación de la solución cafeínica es debida a J. Grossfeld y G.Stheinhoff (15) que admiten que por efecto del permanganato de potasio se originan ácidos grasos que adulteran la cafeína, con pérdida de un 0,06 g %; los adulterantes son privados de su acción por el tratamiento con el sulfato de cobre y el hidróxido de sodio, el agua oxigenada es reemplazada por el tiosulfato de sodio.

W.A.Ugnow y A.M.Schapiro (16) precipitan los taninos y sustancias albuminosas con solución saturada de sulfato de cobre.

Otros autores lo hacen con acetato básico de plomo como J.Delga (17) y J.M.Barlett (18). La Society's Milk Products Sub.Committee aconseja como clarificante de los extractos de café o té el "zin-ferrocyanide".

Dommerque y Nicolás (19) usan una solución de acetato de mercurio al 3% con el agregado posterior de óxido de magnesio.

También se usan no sólo con el objeto de purificar sino de crear en la solución un medio alcalino el óxido de magnesio empleado por V.Desvignes (20), C.Virchow (10), F.Power y K.Chesnut (12) y la lechada de cal aconsejada en

métodos industriales y experimentada por E.Thorpe (21) lo que resulta interesante entre nosotros por ser usada en fábricas de cafeina elaborada a partir de yerba mate. También habla de su empleo una patente británica (22), así como J. Scotti (13) en sus trabajos.

En cuanto a la sustancia empleada para liberar la cafeina, es decir la base de su compuesto con los ácidos y así en este estado poder efectuar su extracción con disolventes orgánicos son muchos los autores que abogan por el empleo de una solución amoniaca; entre ellos citaremos Keller, Beitner y Kaz (23); T.Ugarte (24); P.Cutica; Charles H.La Wall y J.W.Harrinsson (25); Grosfeld y G.Steinhoff (15); A.C.Rottinger (26), S.Gobert (27); G.Bonifazi (11), J.Lukas y A.Jilek (9); G.Fendler y W.Stüber (8); J.Burmann (34), etc.

En métodos industriales se tiende más al empleo de la chada de cal que llena a su vez la doble función de clarificante y álcali.

En métodos analíticos buenos como el de H.Gesser (14) hace uso de hidróxido de sodio 0,5 N para alcalinizar la solución.

Algunos autores como W.Unglow y A.M.Schapiro (10) hacen uso de una solución al 4% de carbonato de sodio y calentamiento a 50°-70° C, lo que origina una descomposición de la cafeina como lo hace notar F.C.Van Eckhout (28).

A este respecto L.Davidson (29) sostiene en base a sus experiencias que la soda es perjudicial a la cafeina pero la cal magnesia y amonio en este orden lo son menos, aumentando su acción nociva si la solución es calentada en su presencia.

En lo referente al tratamiento con disolventes orgánicos empleados para la extracción cafeínica es donde se presenta el problema económico-industrial tan importante para el desarrollo de toda industria.

Las variantes en este paso son:

- a) Extracción acuosa, purificación, alcalinización, extracción con disolvente orgánico y destilación del mismo en algunos casos con el agregado de parafina para facilitar la remoción posterior (29) (1) (7) (8) (21) (13).
- b) Alcalinización de la materia prima, tratamiento de extracción con disolvente orgánico, destilación del mismo y purificación. (23), (24), (25), (15), (20) (10) (9) (8).

En general los diferentes autores coinciden en el empleo de cloroformo (4), (29), (25) (24) (15) (27) (20), (10) (12), (22), (13) (8).

Otros hacen uso en sus respectivos métodos de tetracloruro de carbono (14) (6), así también como de alcohol etílico (29), figurando además otros disolventes como son el dicloroetileno, éter de petróleo, mezclas de alcohol y benzol, etc.

En base a estos antecedentes se dió comienzo al presente trabajo.

## Parte Experimental.

Para efectuar los análisis se utilizaron muestras de residuos obtenidos de la chimenea de un aparato de torrefacción de la firma Sorocabana. Dichas muestras fueron tomadas a diferentes alturas e igualmente se ensayó en la proveniente del tanque recolector de cáscara. (ver esquema de la chimenea).

### Clasificación de las muestras:

- Nº 1. Residuos del tanque situado a 3 m. del tostador.
- Nº 2. Tomada a los 5 m. del tostador, del residuo acumulado en el descanso de la chimenea.
- Nº 3. Tomada a los 6 m. del tostador y a 1 m. del descanso.
- Nº 4. Tomada en la chimenea a 22 m. del descanso.
- Nº 5. Es de carácter general, tomada en el descanso previo limpieza y después de golpear el tubo de la chimenea. La mayor parte de este residuo corresponde a las porciones superiores.

### EXPERIENCIAS REALIZADAS SEGUN UN METODO GENERAL

Se siguió en términos generales el método industrial aconsejado por E. Thorpe (Enciclopedia de Química Industrial) procediéndose como a continuación se indica.



Técnica - Detalle de una de las experiencias realizadas.

210 gr. de residuo correspondiente a la Muestra 2, tomada a 5 m. del tostador, se mezclan con 3 veces su peso en agua (630 gr.) Hervir a reflujo por espacio de una hora. Se procede enseguida a filtrar en caliente sobre papel de filtro con pliegues. Lavar con agua caliente. Al filtrado agregar aproximadamente la misma cantidad de hidróxido de calcio que de muestra usada (210 gr.)

La cal tiene por objeto la absorción de materias tánicas y provoca además la formación de un medio alcalino. (2) (16), (21) (13).

Filtrar y concentrar el filtrado en baño maría hasta reducir el volumen de los líquidos a la tercera parte.

A este respecto H.E.Watson, K.M.Sheth y J.J.Sudborough (30) en base a sus experiencias observan que la pérdida en cafeína resulta apreciable cuando la relación de agua a cafeína en la solución disminuye de 200 lb. de agua por 1 lb. de cafeína.

Concentradas las aguas cafeínicas agotarlas con cloroformo en ampolla de decantación. Se necesitaron hacer 5tratamientos en porciones de 25 ml. cada una.

Destilar el cloroformo haciendo uso de un balón de destilación de 2.000 ml.de capacidad.

L.Davidson (29) aconseja el empleo de parafina en la destilación para facilitar la remoción posterior del residuo. En la experiencia realizada por tratarse de pequeña cantidad no se efectuó el agregado de parafina.

El residuo del balón disolverlo en agua caliente, Pasarlo a un cristizador y evaporar a baño maría hasta sequedad. Tratar con una mezcla formada por agua y alcohol (3-7) y proceder a cristalizar nuevamente evaporando a baño maría.

De esta manera tiene lugar una separación entre la clorófila y la cafeína, esta última se deposita en forma de costras blancas. C.C.Keller (31).

Llevar a sequedad a estufa cuya temperatura se debe mantener entre 100°, 105°C. Pesar.

El rendimiento obtenido para esta muestra, expresado en cafeína bruta fué del 1,9 g.%.

#### Observaciones:

La técnica seguida, en lo que a rendimiento se refiere, se puede considerar buena. En primer lugar en ella se corrige un paso industrial comunmente usado, a todas luces deficiente, como es el hervir la solución cafeínica con la cal. Esta, por acción prolongada y efecto de la temperatura origina alteraciones en el grupo molecular fundamental, con la consiguiente disminución en el rendimiento de cafeína (29).

También se cuidaron prolijamente los restantes pasos de la operación sin encontrar causa de error. Un inconveniente práctico de que adolece este método es el excesivo volumen de líquidos, con lo que el tiempo necesario para su evaporación hasta la tercera parte, es grande e industrialmente anti-económico.

Otra objeción a la técnica empleada es la pérdida parcial de cloroformo, ya que si bien es cierto que la mayor parte se recupera por destilación, otra que no es peque-

ña se pierde al quedar disuelta en las aguas, ya que la solubilidad del cloroformo en el agua a 15° es de 1 g.‰ (Handbook of Chemistry and Physics) lo que implica en escala industrial haciendo un cálculo para la obtención de 100 kg. de cafeína la pérdida siguiente:

4 g. de cafeína aproximadamente necesitan para su extracción 30 g. de agua que concentrados a una tercera parte de su volumen equivalen a 210 g. con lo que la pérdida de cloroformo en esa cantidad de agua alcanza aproximadamente a 2 g. Significa ésto que para la extracción de 100 kg. de cafeína, hay una pérdida de 50 kg. de cloroformo disuelto en las aguas. Su recuperación implica una ampliación de la instalación y aumento del tiempo al empleado en el conjunto de las operaciones ya realizadas. Problema que resulta serio y que debe contemplarse en la industria.

----- 0 -----

Se continuaron las experiencias con las diferentes fracciones, según la técnica descripta.

Previo a cada determinación cuantitativa se realizó un análisis cualitativo (sublimación en tubo de ensayo). Los resultados correspondientes a las diferentes muestras se consignan en la Tabla. (Ver clasificación de muestra pág. 6).

Muestra	Rendimiento en cafeína bruta
1	-
2	1.9 g. %
3	1,0 " "
4	8,0 " "
5	5,1 " "

A título de ensayo se realizó una determinación de humedad con la Muestra 5, (por ser ésta la general), correspondiéndole 3,8 g.% con lo que el rendimiento en cafeína bruta para la misma muestra seca resultó de 4.4 g.%.

Es interesante hacer notar que el rendimiento de un 8 g % correspondiente a la Muestra 4 tomada a 22 metros del descanso, se aproxima a los rendimientos de 12 g.% citados por el autor V.Schweizer (32).

El método descrito sirve de control y comparación de resultados con el de obtención de cafeína por sublimación.

#### DETERMINACIONES REALIZADAS POR SUBLIMACION

Tomando la idea de la sublimación de cafeína en los tostadores del café se comenzaron estos ensayos de extracción.

Sobre procedimientos industriales de este tipo hacen referencia patentes norteamericanas, inglesas y japonesas.

Las primeras pruebas se realizaron en retortas cargadas con el material en ensayo, calentadas en baño de aceite hasta 250°C. Los resultados no fueron satisfactorios, pero



dejaron entrever las posibilidades de obtener cafeína por medio de la sublimación.

Para tal objeto se dispuso de un horno calentado por resistencias eléctricas, cuya temperatura indicada en los distintos puntos de los reostatos, que acompañan al pequeño horno, fueron debidamente registradas y controladas con el empleo de termocuplas.

El horno es cilíndrico con envoltura metálica y sus dimensiones son 16 cm. de diámetro, 28 cm. de longitud y su detalle constructivo puede apreciarse en el corte transversal del mismo y fotografías adjuntas.

Las dos resistencias eléctricas son de Nichrom de aproximadamente 80 ohms y se controlan independientemente.

La zona de sublimación ocupa 25 cm. de longitud con una superficie de calefacción de 354 cm<sup>2</sup>. El tubo que va alojado en el interior del horno es de vidrio pyrex y tiene una longitud de 40 cm. Los reostatos uno para cada sección son idénticos, con las características siguientes: 120 ohms de resistencia interna, de gran disipación con control circular a manija, y 40 puntos de contacto, lo que significa una variación de aproximadamente 3 ohms por punto.

En su interior se colocó el tubo en la forma que se indica en el esquema nº 2.

Previamente se realizó una experiencia de prueba con el objeto de familiarizarse con el manejo del horno, así como también para encontrar la temperatura más apropiada para llevar a cabo la operación.

Se observó la necesidad de hacer burbujear la cafeína que sublima, y que no se condensa en las paredes frías del tubo de vidrio, en cloroformo, que puede ser a su vez reem-

1

1

plazado por agua caliente.

Las cantidades de Muestra 2 (tomadas a 5 ms. del tostador) empleadas, oscilaron alrededor de los 50 g. y la temperatura se mantuvo entre 320° y 380° C. El tiempo en que se realizó la sublimación alcanzó a dos horas y con el objeto de favorecer la operación se hizo girar el tubo cada 15 minutos.

Parte de la cafeína se depositó en la sección del tubo que sobresale del horno, fracción ésta arrastrable por medio de una varilla de vidrio.

A la muestra en el tubo se la trató dos veces con agua caliente para obtener el resto de cafeína.

El inconveniente principal es el empleo del disolvente "agua caliente", ya que su volumen se hace apreciable. Se subsanó haciendo uso de un tubo abierto en sus extremos y colocando en el horno como se indica en el esquema nº 3.

La cafeína sublimada y depositada en b, se arrastró cuidadosamente y por esta sección, ya libre de cafeína, se descargó el hollín lavando luego con poca agua.

Las aguas se evaporan a baño maría hasta la tercera parte de su volumen (30%). Luego se las trató con cloroformo en ampollas de decantación y procedió a la destilación de éste, así como también del contenido en c.

La proporción de cafeína correspondiente a las aguas de lavado es de un 2% sobre el total del contenido en la muestra, correspondiente el 38% restante a la que pasa al cloroformo, proporciones que varían y dependen de la temperatura del horno.

A la cafeína impura obtenida, se la sublimó y pesó. Teniendo en cuenta los errores propios de la sublimación, así como la disminución en peso debido a la pérdida de sustancias extrañas (materia orgánica), los rendimientos en el horno para esta muestra resultan satisfactorios y fueron prácticamente iguales a los obtenidos por el método general, considerando que el 0,5% correspondió a impurezas y pérdidas en el proceso de sublimación.

	0.9 g. %
Rendimiento para <u>Muestra 2</u>	1.1 g. %
(Cafeína sublimada)	1.5 g. %
	1.4 g. %

Las diferencias que se puedan observar en las determinaciones realizadas con la misma muestra y por el mismo método, hay que atribuir las a las mejoras introducidas para facilitar el arrastre de cafeína (corriente de aire). Por otra parte su distribución en la muestra no es enteramente homogénea.

El rendimiento de 1.5 g. % se obtuvo para la Muestra 2 haciendo pasar por el tubo de combustión una corriente de aire caliente. Esquema nº 4.

La técnica seguida resulta apropiada pero cuando se ensayó con la Muestra 5, con rendimientos de alrededor de 4 % según el método general, surgieron inconvenientes. Fue preciso emplear tubos de salida anchos, para evitar su obturamiento y mejorar el sistema de burbujeo aumentando la superficie de contacto. Fueron introduciéndose las consiguien



tes mejoras en lo que al procedimiento de sublimación se refiere y se redujo el tiempo de esta operación de 2 horas a 1h. 40 m. Además, se introdujeron algunas modificaciones en los procesos siguientes.

Detallaremos las variantes introducidas en la sublimación, obtención y purificación, y para facilitar su comprensión acompañaremos el esquema del aparato empleado. (Ver esquema nº5). Se trabajó con cantidades, temperaturas y tiempos, ya indicados).

La cafeína se condensa en A, el resto pasa por los frascos B y C y poco o nada llega a D.

El B contiene agua a temperaturas aproximadas de 95°C, cuyos vapores pasan a C. calentando el agua de éste. Si la corriente de los vapores cafeínicos es grande, se aumenta la temperatura en C. calentándolo directamente, aunque dicha corriente puede regularse perfectamente con ayuda de la bomba de vacío. Para facilitar la operación, se hace rotar el tubo de vidrio aflojando la junta a.

Las soluciones de cafeína se pasan a un vaso de precipitados grande y se lava el balón A con agua caliente.

Un volumen conocido de esta solución se trató con carbón animal y se filtró.

A este respecto es interesante consignar los datos establecidos por F.Sartorius y W.Otermeyer (33) establecieron que para 25 cc. de una solución cafeínica con un rendimiento en cafeína de 2 g %, tratada con 0,5 g. de carbón Merk queda absorbida un 70% de la misma por el carbón en una hora. Y en general la absorción aumenta con la proporción de carbón y el



# DEFBA.

tiempo de contacto.

El filtrado incoloro se evaporó a sequedad, a temperatura inferior a la de ebullición de esa solución. El resultado en rendimiento cafeínico fué nulo.

Con otro volumen conocido se procedió a evaporar hasta la tercera parte y se trató con cloroformo. El rendimiento alcanzado fué de 3.9g %.

Las causas de error en la primera fracción son debidas, en parte, a la absorción de cafeína por el carbón que, pese al lavado repetido con agua caliente, siempre queda absorbido. Principalmente la pérdida está en el arrastre mecánico que el disolvente (vapor de agua) provoca sobre el soluto (cafeína) cuando la concentración es ya apreciable (30).

Ante esta serie de dificultades surgidas, se pensó en realizar el burbujeo sobre cloroformo procediendo luego a la destilación del mismo. El residuo de cafeína del balón se lo tomó con poca agua caliente y procedió a su cristalización.

El esquema es similar al nº5 con el solo agregado de otro frasco erlemeyer.

La pérdida en cloroformo que acusa este procedimiento debido a la evaporación, que se ve facilitada por el pasaje de aire, es de un 0,3 cm<sup>3</sup>%, que puede considerarse apreciable.

El rendimiento cafeínico fué de 3.5 g.%.

Quedaban en pie aún otros problemas, como el de disminuir la cantidad de agua que se precisaba para el burbujeo de la cafeína, eliminación en las operaciones del clo-

roformo y, por último, al no emplear éste, buscar la manera de eliminar el agua de la solución conteniendo cafeína sin arrastrarla.

Se ensayó con el empleo de un refrigerante a reflujo colocado en el erlemeyer B (esquema 5) y se suprimieron los restantes, pero la corriente de aire impedía la condensación de la cafeína desprendida, pues aceleraba mucho el tiempo de contacto.

Se solucionó el problema haciendo uso de una columna rectificadora como la que se indica en el (esquema 3.)

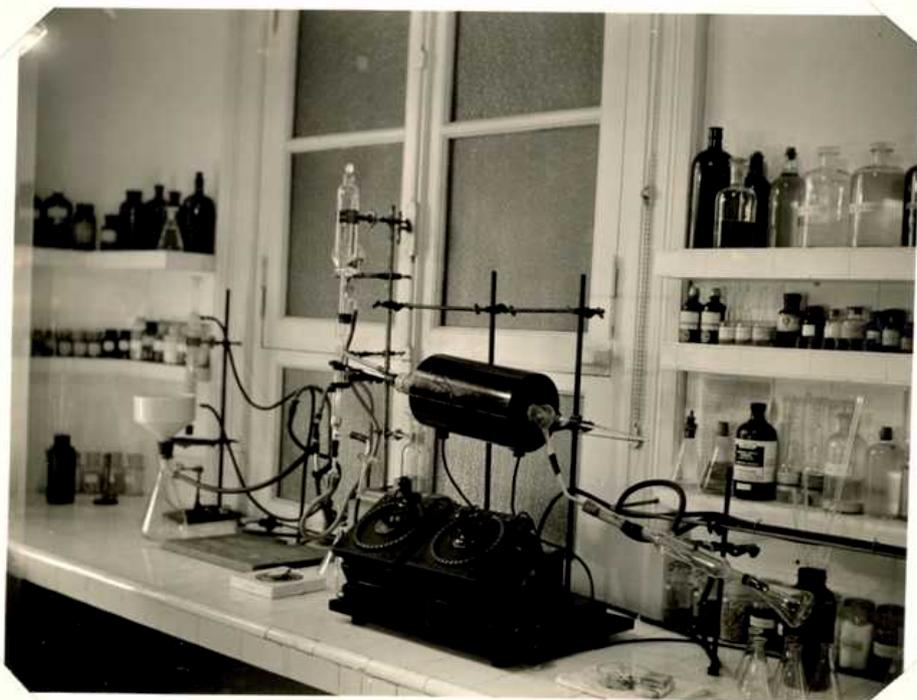
Los vapores de cafeína llegan al frasco A que contiene agua caliente. Burbujean, se disuelven en parte y el resto sube por la columna que posee pedazos de tubo de vidrio. Los vapores se encuentran con los de agua que en parte condensan y bajan nuevamente a A, disolviendo la cafeína. El resto de los vapores de agua que no condensa en la parte interna de la columna pasa también a B y algunos vapores de cafeína llegan a éste. Por la abertura (a) cerrada con tapón de goma, se echa agua a medida que la operación lo requiere y de esta manera se consigue reducir al mínimo el volumen de agua.

Los otros dos problemas que se reducen a uno, el no empleo de cloroformo y el de evaporación de las aguas sin pérdida en cafeína, se resolvieron después de innumerables ensayos en la forma que se detalla a continuación:

Se evapora el agua, disolvente en la solución cafeínica, haciendo uso del vacío de una buena bomba de agua, con lo que el punto de ebullición de la solución se reduce a 50°C. Se evapora a sequedad, quedando la cafeína en el fondo del



FOTOGRAFÍAS DEL HORNO EMPLEADO



NOTA: = El material de vidrio que acompaña al horno en las presentes fotografías, no corresponde al utilizado en las experiencias.-

balón.

El vapor condensado en B, se trata por el método general de recuperación de cafeína. El resultado fué negativo. Con lo que queda confirmado que el vapor de agua no arrastró en estas condiciones la cafeína de la solución. Se trató el residuo del balón (A) con poca agua caliente evaporando la cafeína a baño maria.

Rendimiento: 3.5 g. %

Se continuaron las determinaciones y a continuación se consignan los resultados anteriores y los obtenidos por este último procedimiento para Muestra 5.

<u>Método General</u>	<u>Método por sublimación</u>
Cafeína bruta %	Cafeína bruta %
4 g.	3.9 g.
3.9 g.	4.0 g.
	3.5 g.
	3.0 g.
	3.4

Los resultados del método descrito son satisfactorios, en primer lugar porque los rendimientos un poco bajos están supeditados tal vez a variaciones en las condiciones establecidas de presión y temperatura de evaporación, pero en cambio posee la ventaja del reducido volumen de agua a evaporar y la supresión total de cloroformo.

Desde el punto de vista industrial es muy interesante continuar este estudio siempre que se haga extensivo a la yerba mate, ya que si los rendimientos en cafeína de ésta son inferiores a los obtenidos en el residuo estudiado, la cantidad de materia prima es incomparablemente superior.

En particular, pese al rendimiento promedio de un 3,5 g.% para el industrial del café que posee su tostador y una chimenea como la indicada, consideramos que no le conviene su aprovechamiento. Nos basamos en el cálculo siguiente para vertir esta opinión.

Habiendo podido establecer que por día de trabajo se acumulan aproximadamente 10 Kg. de residuo, considerando que se trabaje mensualmente 24 días, se acumulan 240 Kg. de residuos.

En base al rendimiento promedio de 3,5 Kg.% en cafeína, tenemos:

$$\frac{3,5 \times 240}{100} = 8,4 \text{ Kg. de cafeína.}$$

8,4 Kg. de cafeína resultaría la producción mensual que a \$ 100 el Kg. resultarían \$ 840.-

La cotización resulta variable pues de \$ 15.- a \$ 20.- el Kg. (procedencia alemana) en los años de preguerra llega a cotizaciones hasta de \$ 250.- el Kg. en 1942/43; para bajar luego hasta \$ 140 y \$ 100 el Kg. que es el precio actual el que se mantiene elevado por cuanto existen dificultades en importarla de Inglaterra y de los Estados Unidos de Norte América.

Volviendo a nuestro caso, al tener en cuenta el material por lo menos semi industrial, personal para la operación

combustible, modificación en el tubo de la chimenea para favorecer el depósito de cafeína (ensanchamiento en la parte superior), puertas para su limpieza, escalera de hierro, etc. y además la poca estabilidad de los precios en el mercado, no creemos conveniente su explotación.

Contemplando el panorama de la industria de la cafeína en la República Argentina y debido a los costos de producción que resultan un tanto elevados, esta industria podrá subsistir solamente mientras se mantengan los precios que se obtienen en la actualidad, pero no podrá competir con el producto extranjero que se obtiene en forma más económica.

Por lo tanto, sólo reconocemos perspectivas favorables a esta industria en el caso de que el perfeccionamiento de los métodos industriales y el aprovechamiento integral de los subproductos puedan conducir a una sensible economía en la obtención de la cafeína.

----- o -----

Se completó el trabajo con un análisis de pureza sobre muestra purificada por absorción de materia colorante, por tratamiento con carbón y cristalización.

Resultado del Análisis

Solución acuosa saturada de cafeína...	Neutra al tornasol
Punto de fusión .....	230°
Reacción de alcaloides (I <sub>2</sub> Hg; KI).....	Negativa
Sustancias fácilmente carbonizables...	Positiva
Cenizas .....	0,06 g. %

----- o -----



= B I B L I O G R A F I A =

- (1) ARREGUINE V. Rev. Univ. Nacional de Córdoba. Argentina. 29- 1732 (1919).
- (2) ULMANN. Enciclopedia de Química Industrial.
- (3) BELLEGARDE NUNES. Publ. Farm. Sao Paulo. 6- 5-10 (1941)
- (4) ROSA MATEO F. An. As. Quim. Farm. Uruguay. 2- 15-17 (1942)
- (5) WEEVERS I. Proc. Acad. Sci. Amsterdam. 32- 281-7 (1929)
- (6) LENDRICH K. y NOTTBOHM. Statt Hyg. Inst. (Hamb.). 17- 241- 55 (1909).
- (7) GÖRTER. Chem Listy. 17- 220-30- 1924.
- (8) FENDLER G. y STÜBER W. Z. Nahr. Genussm. 30- 274-6 (1915)
- (9) LUKAS J. y JILEK A. Chem. Listy. 18- 283-88, 342-5 (1924).
- (10) VIRCHOW C. --- Chem. Ztg. 24- 1037 (1911).
- (11) BONIFAZI G. --- Anl. Chim. Appl. 9- 33-38 (1937).
- (12) POWER FREDERICK y CHESTNUT V. J. Am. Chem. Soc. 41- 1298-3000 (1919)
- (13) SCOTTI G. --- Boll. Chim. Farm. 77- 403-5 (1938)
- (14) JESSER H. --- Chem. Ztg. 50- 842-3 (1932)
- (15) GROSSFELD J. y STEINHOFF G. Z. Untersudh. Lebensm. 61- 38-50 (1931).
- (16) UGLOW W. A. y SCHAPIRO A.M. Z. Untersuch Lebensm. 55- 149-55 (1928)
- (17) DELGA J. --- Ann. Pharm. Franc. 1- 72-5 (1943)
- (18) BARLETT J. M. J. Assoc. Off. Agr. Chem. 3- 21-4 (1917)
- (19) DOMMERQUE y NICOLAS. Enciclopedia de Quim. Indus. (Ulmann).
- (20) DESVIGNES V. --- J. Pharm. Chim. 7- 20-2 (1910)
- (21) THORPE E. --- Enciclopedia de Química Industrial/-

CONFIDENTIAL

- (22) DATA R. L. --- Brit. 159,097. March. 1. (1920).
- (23) KELLER, BEITNER y KAZ. Enciclopedia de Química Industrial. Ulmann.
- (24) UGARTE T. --- Anales Soc. Quím. Arg. 8-413-5. (1920).
- (25) LA WALL CH. H. y HARRINSSON J.W. Am. J. Pharm. 104- 537-9 (1932).
- (26) RÖTTINGER A.C. Mikrochem. Pregl. Fest.308-(1929).
- (27) GOBERT S. --- Am. Fals. 21- 517-8 (1928).
- (28) VAN ECKHOUT F.C. Chem. Weekblad. 27- 189-91 (1930)
- (29) DAVIDSON L. Can. Chem. Process. Inds. 24- 493-4, (1940).
- (30) WATSON H.E., SHET K.M., SUDBOROUGH J.J. J.Indian. Inst. Sci. 5- 177-207 (1923).
- (31) KELLER C.C. ---- Enciclopedia de Química Industrial (Ulmann).
- (32) SCHWEIZER ---- Det. de Alcaloides (libro).
- (33) SARTORIUS F. y OERMAYER W. Z. Untersuch. Lebensm. 58- 353-52 (1929).

----- o -----