

I. F. C. C.

An illustration on the left side of the cover shows a coffee branch with green leaves, clusters of red coffee cherries, and a white coffee flower. Below it are two cacao pods, one yellow and one orange, hanging from a branch.

INSTITUT

FRANÇAIS
DU CAFÉ
ET
DU CACAO

PREMIER COLLOQUE INTERNATIONAL
SUR LA CHIMIE DES CAFÉS VERTS
TORRÉFIÉS ET LEURS DÉRIVÉS

(Paris, 20-22 mai 1963)

PREMIER COLLOQUE INTERNATIONAL SUR LA CHIMIE DES CAFÉS VERTS, TORRÉFIÉS ET LEURS DÉRIVÉS

organisé par l'Institut Français du Café, du Cacao
et autres Plantes Stimulantes

(I. F. C. C.)

(Paris, 20 – 22 mai 1963)

Liste des personnes inscrites.....	7
Séance inaugurale par M. G. MONNET	9
Allocution par M. C. C. SPENCER	11
Présentation du colloque par MM. R. COSTE et P. NAVELLIER	13
Communications :	
— Standardisation des techniques analytiques et de l'expression des résultats en vue d'une coordination internationale des recherches, par E. ILLY	17
— La détermination de la teneur en eau des cafés verts et torréfiés, par A. GUILBOT ..	24
— Chimie des cafés torréfiés et de la boisson dans ses rapports avec les besoins de la profession, par E. E. LOCKHART	33
— La composition chimique du café Robusta d'Angola, par A. BAIÃO ESTEVES et C. G. A. PESTANA	41
— Contribution à l'analyse et à l'appréciation du café torréfié et de la poudre d'extrait de café, par J. WURZIGER	48
— La détermination de la caféine du café et des mélanges de café, par R. F. SMITH ...	55
— Recherches préliminaires sur les oligo et poly-saccharides du café vert (<i>Coffea canephora</i> var. <i>robusta</i>), par J. E. COURTOIS, F. PERCHERON et J. C. GLOMMAUD ...	63
— Une nouvelle méthode rapide de dosage de la caféine dans les extraits de café décaféiné, par F. ALBANESE	69
— Les substances solubles et les constituants aromatiques des cafés torréfiés, par H. THALER	72
— Les acides chlorogéniques du café, par R. F. SMITH	77
— Substances aromatiques volatiles et oxydables comme complément d'appréciation du café torréfié et de ses préparations, par J. WURZIGER	85
— Quelques observations sur les caractéristiques organoleptiques et la technologie des cafés Robusta torréfiés, par L. TELEGDY-KÓVATS, M. KELEMEN-SZILAS et D. TORLEY	93

— Suggestions pour l'expression des résultats des analyses de café, par P. NAVELLIER et R. BRUNIN.	99
— Composition du café-boisson en fonction du traitement appliqué au café vert avant la torréfaction, par F. ALBANESE.	103
— Quelques observations sur le goût du café Libéria et du café soluble en poudre obtenu à partir de cette espèce, par J. E. HEESTERMAN.	108
— L'huile du café vert et du café torréfié, par J. WURZIGER.	113
— Quelques raisons de l'échec des essais de reconstitution des odeurs naturelles, par C. WEURMAN.	123
— Actions physiologique et psychologique de la caféine chez l'homme normal au cours du travail et au cours du sommeil, par B. METZ.	129
— Recherches du Benzo 3,4 pyrène dans le café vert et torréfié et dans les sous-produits de torréfaction, par F. CHASSEVENT et M. HÉROS.	131
— Synthèse de la niacine au cours de la torréfaction du café et son efficacité physiologique, par J. ADRIAN.	141
— Amélioration de la qualité du café Robusta par des torréfactions spéciales, par O. F. KADEN.	150
— Les bases scientifiques et quelques problèmes de l'industrie des extraits solubles, par F. L. MÜLLER.	154
— Remarques sur un appareil standard de torréfaction, par T. BULLO et E. ILLY.	158
— Contribution à l'étude technologique du gonflement des cafés à la torréfaction, par H. RABÉCHAULT.	161
— Analyse de cafés fortement torréfiés et finement moulus, par E. ILLY et L. RUZZIER.	167
— Considérations sur le procédé d'extraction (préparation de la boisson), par E. ILLY et T. BULLO.	177
— Evolution et tendance de la réglementation française relative au commerce des cafés, produits dérivés et succédanés, par R. A. DEHOVE.	182
— Tableau comparé des lois et règlements concernant le café dans divers pays. Examen du problème de leur harmonisation, par R. KIEFÉ.	187
— L'organisation internationale de normalisation : son objet, ses projets en ce qui concerne le café, par G. CASTAN.	193
Résolutions et Vœux.	197
Allocution de clôture par M. LHUILLIER.	203

N. B. = Nous avons, dans la mesure du possible, publié ces communications suivant l'ordre dans lequel elles ont été présentées.

LISTE DES PERSONNES INSCRITES

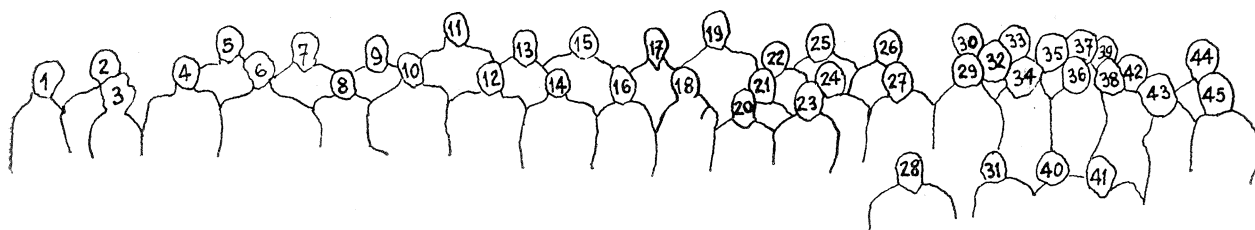
- | | | |
|-------------------|---|--|
| ALLEMAGNE | <ul style="list-style-type: none"> • D^r F. ALBANESE D^r O. F. KADEN
 Prof. D^r H. THALER
 • D^r Ing. J. WURZIGER | <ul style="list-style-type: none"> — Chemiker der HAG A. G., Wissenschaftliche Abteilung, Bremen. — Beratender Chemiker und angewandter Botaniker V. S. I., D^r Forschungslabor für Kaffee, Kakao, Tee und andere pflanzliche Rohstoffe der Tropen, Hamburg-Altona. — Direktor des Instituts für Lebensmittelchemie der Technischen Hochschule, Braunschweig. — Hygienisches Institut, Hamburg. |
| BELGIQUE | <ul style="list-style-type: none"> : M. R. WILBAUX | <ul style="list-style-type: none"> — Ing. Agr. Gx., Chef du Service de Technologie de l'I. F. C. C. |
| ÉTATS-UNIS | <ul style="list-style-type: none"> • D^r E. E. LOCKHART | <ul style="list-style-type: none"> — Directeur Scientifique du « Coffee Brewing Institute », New-York. |
| FRANCE | <ul style="list-style-type: none"> • M. J. ADRIAN
 M^{me} BRUNIN M. H. CAMBRONY • M. CASTAN M^{lle} F. CHASSEVENT M. CORVE • M. J. E. COURTOIS
 M. F. CUSTOT
 M. R. A. DEHOVE
 M. FATIN
 M. J. C. GLOMAUD • M^{me} GOBERT
 • M. A. GUILBOT
 • M^{me} M. HEROS M. V. JANS
 M. R. KIEFÉ
 • Prof. B. METZ
 M. MOREAU M. P. NAVELLIER
 M. M. D'ORNANO M. F. PERCHERON D^r H. RABECHAULT
 M. J. SIMON | <ul style="list-style-type: none"> — Maître de Recherches au Centre National de la Recherche Scientifique, Laboratoire de Bellevue (S. et O.). — Laboratoire Municipal de la ville de Paris. — Ingénieur en Chef à l'I. F. C. C. — Ing. Agronome à l'A. F. N. O. R. — Chimiste-Physicienne à l'I. F. C. C. — Chimiste-Conseil de la Fédération Nationale des Torréfacteurs. — Professeur de Chimie biologique à la Faculté de Pharmacie de Paris. — Directeur des Laboratoires coopératifs d'analyses et de recherches, Paris. — Ing.-Chimiste E. N. S. C. L., Inspecteur divisionnaire au Service Central de la Répression des Fraudes, expert de la F. A. O. — Ing. Chimiste, Laboratoires de recherches de la S. O. P. A. D. (Nestlé). — Pharmacien. — Directeur de laboratoire honoraire au Laboratoire Central de la Répression des Fraudes. — Directeur des Laboratoires de Biochimie et de Physico-chimie des céréales de l'Institut National de la Recherche Agronomique, CERDIA, Massy. — Ing. au Laboratoire Municipal de la ville de Paris. — Ingénieur en Chef, Directeur des Laboratoires du Ministère des Finances, Paris. — Avocat à la Cour d'Appel de Paris, Jurisconsulte du Ministère de l'Agriculture, Professeur à l'Institut de Droit Appliqué. — Docteur en Médecine, Chef du Laboratoire de Physiologie appliquée, Faculté de Médecine, Strasbourg. — Directeur de l'usine Nestlé, St. Menet-Marseille. — Directeur du Laboratoire de Bromatologie au Laboratoire Municipal de la ville de Paris, Conseiller scientifique de l'I. F. C. C. — Ingénieur à l'I. F. C. C. — Maître de Conférence agrégé, Faculté de Pharmacie, Paris. — Laboratoire de Physiologie végétale, Office de la Recherche Scientifique Outre-Mer, Paris. — Chef des Laboratoires des Ets. Damoy, Ivry-Seine. |
| HONGRIE | <ul style="list-style-type: none"> • Prof. L. TELEGDY-KOVATS | <ul style="list-style-type: none"> — Professeur de chimie bromatologique à l'université polytechnique de Budapest, Président du Comité ISO-TC-34 (normalisation internationale des produits agricoles alimentaires). |
| ITALIE | <ul style="list-style-type: none"> : D^r C. E. BARBERA • D^r M. COGGIOLA • D^r B. DORO
 D^r E. ILLY
 • M^{lle} D^r L. RUZZIER | <ul style="list-style-type: none"> — Sté Chimico, Food Technologist, I. F. T. A. A. A. S. — Directeur de fabrication, Sté Crippa, Milan. — Directeur du « Laboratorio Provinciale d'Igiene e Profilassi, Reparto chimico », Trieste. — D^r en Chimie, Directeur de Illy et Hausbrandt, Industria Nazionale Caffè, Trieste. — Chimiste, Illy et Hausbrandt, Trieste. |

- PAYS-BAS** : D^r C. ENGEL — Directeur du « Central Institute for Nutrition and Food Research » T. N. O., Utrecht.
 Prof. J. E. HEESTERMAN — Chef des Laboratoires chimiques et biologiques (section produits tropicaux), Institut Royal des régions tropicales, Amsterdam.
 Ing. E. PAARDEKOOPER — Chimiste, Research and Development Dept., P. de Gruyter en Zoon N. V., 's-Hertogenbosch.
 D^r C. WEURMAN — Central Institute for Nutrition and Food Research, T. N. O., Utrecht.
- PORTUGAL** : Ing. A. BAIÃO ESTEVES — Agronome, Chef du Groupe de travail de Technologie de la « Missão de Estudos Agronomicos do Ultramar », Lisboa.
- ROYAUME-UNI** : Ing. R. F. SMITH — Service de Recherches J. Lyons et C^o Ltd., Londres.
 M. L. H. GREENWOOD-BARTON — Tropical Products Institute, Londres.
- SUISSE** : M. M. BRUNNER — Directeur de COFFEX A. G., Schaffhausen.
 M. F. L. MÜLLER — Directeur de Recherches, A. F. I. C. O., S. A. (Nestlé), Lausanne.
- PRESSE** : M. K. ARGENTON — Délégué de « Kaffee u. Tee Markt » des Editions GORDIAN, Ham-
 bourg.

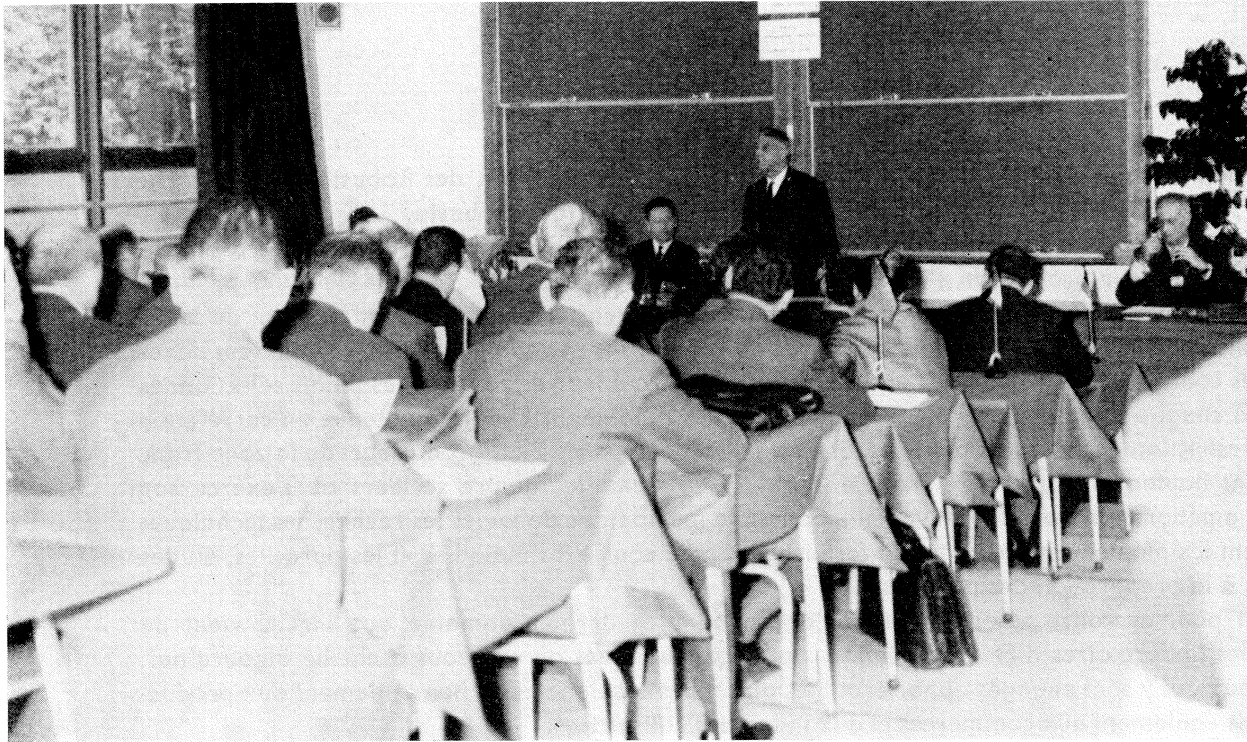
Mme GOBERT, le D^r LOCKHART et le D^r DORO qui n'ont pu participer aux réunions ont été très regrettés.



Un groupe de participants



1. — J. COLLOT. 2. — H. R. CAMBRONY. 3. — S. POUGNEAUD. 4. — H. RABECHAUULT. 5. — J. WURZIGER. 6. — C. ENGEL. 7. — E. PAARDEKOOPER. 8. — H. THALER. 9. — R. WILBAUX. 10. — C. WEURMAN. 11. — J. E. HEESTERMAN. 12. — O. F. KADEN. 13. — M. MOREAU. 14. — U. KADEN. 15. — F. L. MÜLLER. 16. — F. CHASSEVENT. 17. — R. F. SMITH. 18. — M. BOSANSKY. 19. — L. H. GREENWOOD-BARTON. 20. — R. BRUNIN. 21. — P. NAVELLIER. 22. — J. SIMON. 23. — D. HAHN. 24. — L. de SAINT RAT. 25. — J. C. GLOMAUD. 26. — E. ILLY. 27. — R. A. DEHOVE. 28. — C. E. BARBERA. 29. — M. FATIN. 30. — L. RUZZIER. 31. — J. EVAIN. 32. — R. COSTE. 33. — M. SCHMIDT. 34. — K. ARGENTON. 35. — M. D'ORNANO. 36. — R. KIEFÉ. 37. — J. MINELLE. 38. — A. BAIÃO ESTEVES. 40. — F. ALBANESE. 41. — S. FLEUROT. 42. — L. TELEGDY-KOVATS. 43. — M. VAN PAMEL. 44. — J. BRAUDEAU. 45. — N. PICHON.



M. G. MONNET, ancien Ministre, Président d'honneur de l'IFCC, prononce le discours d'ouverture du Premier Colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, en présence de M. VERNÈDE représentant le Ministère de la Coopération.

SÉANCE INAUGURALE

par M. G. MONNET

Monsieur le Ministre G. MONNET, Président d'Honneur de l'IFCC, ouvre le colloque en adressant ses souhaits de bienvenue aux participants et particulièrement aux personnalités étrangères. Il se réjouit de constater qu'à l'exception de quelques rares défaillances, dont celle particulièrement regrettée du Dr. LOCKHART, Directeur Technique du C. B. I. à New York, toutes les personnalités invitées se trouvent réunies. « Votre empressement, dit-il, marque l'intérêt qu'ont éveillé de toute part les problèmes inscrits à l'ordre du jour et j'y vois par avance une promesse de la réussite de l'initiative prise par l'IFCC ».

M. G. MONNET trace ensuite une fresque d'ensemble de la situation caféière à travers le monde, évoquant les graves problèmes posés par une production pléthorique aussi bien que ceux que pose le développement systématique de la consommation.

Il rappelle la place de premier plan occupée par le café dans l'économie d'un certain nombre de nouveaux Etats indépendants, jadis sous administration française, tels que la Côte d'Ivoire, troisième producteur mondial, Madagascar, le Cameroun, le Togo, etc... et le rôle qu'y joue la production caféière comme facteur du développement économique, de progrès social et de stabilité politique.

« La France continue à réserver une situation privilégiée sur son marché intérieur à l'écoulement de la production de ces pays. D'autre part, la consommation des cafés Robusta s'accroît sur le marché international plus rapidement que la consommation générale. Alors que le commerce global du café dans le monde depuis 1955 a augmenté en moyenne de 3 % par an, celui des Robusta s'est accru chaque année d'environ 10 %. De 1955 à 1962 la consommation mondiale des Robusta a doublé.

« Et durant les trois dernières années cette augmentation des tonnages commercialisés s'est pro-

« duite en même temps qu'une hausse encore plus élevée de la cotation des Robusta sur le marché mondial ; ce qui souligne l'orientation favorable du marché des Robusta.

« Toutefois les Etats intéressés sont pleinement conscients des difficultés auxquelles demeure exposé l'écoulement de leur production s'ils ne parviennent pas à augmenter la qualité de leurs produits tout en diminuant leurs prix de revient. Ils savent que le caractère généralement extensif de leurs plantations actuelles aux rendements dérisoires doit disparaître et que pour y parvenir il faut développer les connaissances techniques des planteurs et mettre à leur disposition des plants sélectionnés adaptés à chaque région en cause. L'augmentation des rendements doit être obtenue en corrélation avec la restriction des surfaces plantées. Et c'est pourquoi tous les Etats producteurs de la zone franc apprécient hautement l'action poursuivie par l'IFCC, dans les quatre secteurs où s'exerce son activité : amélioration du matériel végétal, poursuite méthodique de toutes les recherches techniques intéressant les plantations y compris la fertilisation, lutte contre les maladies et les parasites, études relatives à la préparation des produits.

« C'est pour accroître ses possibilités d'action dans ce dernier domaine que l'IFCC vient de réaliser les Laboratoires d'Etudes Chimiques et Technologiques où elle vous accueille aujourd'hui. Les travaux qui y sont engagés apporteront les plus utiles enseignements non seulement aux producteurs mais également aux commerces et aux industries utilisatrices.

« Votre colloque, qui va permettre aux spécialistes internationaux les plus qualifiés de confronter leurs connaissances sur les problèmes d'ordre chimique qui se posent pour faire progresser l'industrie du café, mérite donc d'être salué avec le plus vif intérêt par tous ceux qui, des planteurs aux utilisateurs, sont conscients de l'intérêt capital que présente à travers le monde l'évolution rationnelle de la production caféière. »



ALLOCUTION DE M. C. C. SPENCER *

Secrétaire Général de l'Organisation
Interafricaine du Café (O. I. C.)

Monsieur le Président, Messieurs,

Je suis très reconnaissant à l'Institut Français du café, du cacao et autres plantes stimulantes de m'avoir fait l'honneur de m'inviter à prendre la parole à ce Colloque International de la Chimie du Café. De la part des États membres de l'organisation interafricaine du café, dont je suis le Secrétaire général, je remercie très sincèrement l'institut pour l'occasion qu'il me donne d'exprimer la gratitude des producteurs africains de café envers l'important travail que vous accomplissez. Je tiens à vous affirmer que nous nous intéressons vivement à vos travaux et nous espérons beaucoup que, grâce à vos efforts, la consommation du café continuera à s'étendre et à s'accroître pour le profit mutuel des pays producteurs et des pays consommateurs.

La majorité des membres de l'organisation interafricaine du café est productrice de café Robusta dont, comme vous le savez tous, la demande mondiale a connu, ces quelques dernières années, un grand accroissement. Les raisons de la popularité grandissante de cette variété particulière de café sont diverses ; nous croyons que l'une d'elles est la teneur plus élevée en caféine des cafés Robusta africains. Cette teneur rendrait ces cafés intéressants pour les fabricants de cafés solubles et décaféinés. Il y a eu un accroissement spectaculaire du prix du café Robusta ces six derniers mois, sans qu'il s'ensuivît aucune diminution de la demande et il s'agit naturellement pour les producteurs de maintenir la position qu'ils ont atteinte et qui résulte d'un effort considérable de leur part. Malheureusement, il y a un petit nuage à l'horizon, par ailleurs brillant, sous la forme d'une propagande grandissante, dans certains pays consommateurs, contre la consommation du café en raison du mal que la caféine est supposée faire au corps humain et au système nerveux. Cela conduit naturellement à se demander s'il n'est pas à craindre que l'avantage présenté par une teneur élevée en caféine ne se transforme dans l'avenir en désavantage.

Le café n'est pas le seul produit qui ait attiré l'œil désapprobateur de ceux qui cherchent à préserver la

santé des consommateurs dans le monde. On ne peut condamner le but poursuivi, mais par une coïncidence malheureuse ces nouveaux « vices », autrefois considérés comme inoffensifs, trouvent souvent leur origine dans des marchandises produites par les pays dits sous-développés, qui ont désespérément besoin de marchés en expansion, pour leur gamme limitée de produits, afin d'élever leur niveau de vie et de cette façon augmenter la longévité de la population. Il semblerait que l'on soit sur le point d'arriver à une situation telle qu'une moitié du monde cherchera à prolonger la durée possible de la vie humaine en réduisant la consommation de certains produits, alors que l'autre moitié ne pourra atteindre le même objectif que si la consommation mondiale de ces mêmes produits se développe. Ce serait peut-être moins grave si la nécessité d'accroître le niveau de vie moyen n'était pas tellement plus grande chez cette dernière moitié du monde que chez la première.

N'étant pas un homme de science, il m'est difficile d'indiquer un moyen pour résoudre cette énigme, mais j'espère que vous, Messieurs, vous pourrez aider les producteurs à maintenir, et en fait à améliorer leurs marchés face à cette menace virtuelle dans leur avenir économique.

La plupart d'entre nous sont intéressés par l'élaboration de campagnes publicitaires pour la promotion du café, et mon expérience dans ce domaine me permet de dire que nous avons besoin de l'aide des hommes de science pour déterminer comment nous pouvons au mieux atteindre notre but. Par exemple, il serait utile de savoir si le café très torréfié est plus nuisible à la santé que le café moyennement torréfié. On le sait peut-être déjà, mais je n'ai pas encore trouvé quelqu'un qui puisse me répondre.

Dans le même ordre d'idée, je me suis souvent demandé pourquoi le café est universellement reconnu mauvais pour les jeunes, tandis que certaines boissons non alcooliques, dont les fabricants sont je crois de très bons clients de la caféine extraite du café décaféiné, sont exemptes de ce défaut ; les jeunes semblent consommer de grandes quantités de ces boissons, auxquelles je pense, sans méfait apparent.

* Exposé fait en anglais.

Y a-t-il une telle différence entre la teneur en caféine de ces boissons et celle du café, ou bien la caféine absorbée dans une boisson froide est-elle moins nocive que dans une boisson chaude ? Ou bien encore ai-je été mal informé sur l'emploi final de la caféine vendue par les fabricants de café décaféiné ?

Un autre aspect du problème qui me vient à l'esprit est lié à l'accroissement énorme, depuis la fin de la dernière guerre, de l'emploi du chlore dans l'eau de ville dans le monde entier. L'effet nuisible que cette pratique a sur le goût du café et du thé m'a conduit à me demander si la caféine consommée avec le chlore fait plus de mal que la caféine sans cet additif, que nous avons fini par accepter comme un mal nécessaire. A mon point de vue, le chlore semble rendre le café ou le thé beaucoup plus difficile à digérer. Les propagandistes anti-café n'attaquent-ils pas à tort le café, alors qu'ils devraient diriger leur attention sur l'eau avec laquelle il est préparé ?

De plus, si l'on considère la teneur en chlore et la

nature de l'eau, différente d'une région à une autre, est-ce qu'il n'y a pas lieu de penser qu'en variant les mélanges, ou le degré de torréfaction, ou les deux, en fonction de la composition chimique de l'eau fournie, on ne pourrait pas donner au café un goût plus agréable ?

Voilà quelques-unes des questions qui intéressent tout profane au moment de l'établissement de programmes de promotion de la consommation. Il y en a probablement d'autres, beaucoup plus importantes, qui ne viennent pas à l'idée de gens non spécialisés tels que moi. C'est là que nous devons nous appuyer sur vous, Messieurs, pour nous montrer le bon chemin. Nous faisons appel à vous pour nous aider à éviter à la fois des erreurs et des omissions et je suis sûr que ce ne sera pas en vain.

Je vous prie de m'excuser d'avoir empiété sur votre temps précieux et je vous remercie de l'attention que vous avez prêtée à mes remarques. J'espère que vos délibérations cette semaine seront très fructueuses. Merci.





PRÉSENTATION DU COLLOQUE

par R. COSTE,
Directeur Général de l'I. F. C. C.

Monsieur le Président, Monsieur le Représentant du
Ministère de la Coopération, Mesdames, Messieurs,

Je n'ai pas l'intention, après les allocutions de MM. G. MONNET et C. C. SPENCER, de vous entretenir des problèmes de chimie qui font l'objet des travaux du colloque. Ce domaine est, en effet, loin de m'être aussi familier que celui de l'agronomie et je laisserai le soin de le faire dans quelques instants à M. Pierre NAVELLIER, notre conseiller scientifique. Mais avant que notre Président lui donne la parole je voudrais, sa modestie dut-elle en souffrir, vous présenter M. Pierre NAVELLIER qui est l'homme essentiel du colloque.

Certains d'entre vous le connaissent déjà, physiquement, pour l'avoir rencontré dans des conférences internationales traitant surtout de questions de chimie alimentaire. D'autres, sans doute, le connaissent par ses publications. Permettez-moi cependant de compléter cette information qui, pour être brève, n'en évoque pas moins une personnalité aux activités scientifiques remarquables, de souligner le rôle primordial qu'il joue auprès de l'I. F. C. C., depuis qu'en 1960, grâce à la compréhension de son Directeur au Laboratoire de la ville de Paris, M. MOUREU, membre de l'Institut, il m'a fait l'amitié d'accepter de remplir cette mission auprès de mes proches collaborateurs et de moi-même.

Les laboratoires spécialisés que, tout à l'heure, nous serons heureux de vous faire visiter, réalisés grâce au concours financier du Fonds d'Aide et de Coopération du Ministère de tutelle, ont en effet été « pensés » par M. NAVELLIER jusque dans leurs moindres détails. Les travaux qui y sont entrepris, comme ceux qui, depuis un certain temps, sont, sous l'égide de l'I. F. C. C., poursuivis ailleurs, grâce au concours de certains éminents spécialistes, sont, bien entendu, placés sous son autorité scientifique.

Mais le dévouement à l'I. F. C. C. de notre conseiller s'est manifesté avec une véritable passion pour l'organisation du colloque qui nous réunit aujourd'hui, lequel est essentiellement son œuvre, puisque, si nous l'avons conçu ensemble, c'est lui qui, sur le plan scientifique, en a précisé le champ d'activité et qui a organisé la structure de ses trois journées de travaux.

C'est pourquoi, dès avant la première séance, j'ai voulu, en votre présence, lui adresser mes très chaleureux et affectueux remerciements.

* * *

Je voudrais maintenant vous prier d'excuser les imperfections du colloque.

En premier lieu, nous nous excusons, M. NAVELLIER et moi-même, d'avoir dû, pour cette première rencontre, limiter nos invitations à un nombre restreint de participants, étrangers et français.

L'idée initiale était, en effet, de convier à Paris seulement quelques spécialistes, parmi les plus particulièrement qualifiés, de chaque Etat intéressé, pour faire avec nous un « tour d'horizon » des nombreux problèmes de recherche posés dans le domaine de la chimie des cafés verts et torréfiés. Dans l'hypothèse du succès de cette réunion, nous aurions sans doute envisagé d'organiser plus tard, soit à Paris soit ailleurs, une conférence plus importante par le nombre des participants. L'intérêt éveillé par notre initiative a cependant été tel que nous avons été conduits à élargir très notablement le nombre des participants puisque nous sommes aujourd'hui une cinquantaine. Il n'en reste pas moins que l'absence de certains spécialistes doit être regrettée. Un des objets du colloque est justement d'en dresser la liste de façon à pouvoir les contacter, les documenter sur les résultats

de nos travaux et, si possible, les associer ultérieurement à nos activités.

Ensuite, sur le plan de l'organisation matérielle, je sollicite votre indulgence sur un certain nombre de points.

Ainsi, par exemple, il y a quelques mois, alors que nous escomptions recevoir quinze à vingt participants, nous avons décidé de tenir nos séances dans les laboratoires. Mais, en dernière analyse de la situation, nous avons dû faire appel à l'extrême obligeance de M. CIOLINA, Directeur du Centre d'Etudes d'Agronomie Tropicale, pour pouvoir disposer de cet amphithéâtre scolaire, heureusement libre à cette époque de l'année, que nous avons hâtivement aménagé en salle de conférence. Ceci me donne l'occasion d'exprimer à mon ami, M. CIOLINA,

ma reconnaissance pour le très précieux concours qu'il nous apporte.

Par ailleurs, le nombre élevé de communications que nous avons reçues, comme l'intérêt des sujets traités nous ont obligé à reviser plusieurs fois et dans un sens de plus en plus strict l'horaire des travaux et à prévoir des séances assez chargées.

Pour terminer, je voudrais aussi m'excuser auprès des présidents de séance de les avoir, pressé par le temps, mis à contribution souvent sans le préalable de leur assentiment. J'espère qu'ils ne m'en tiendront pas rigueur et que cette initiative sera approuvée par eux-mêmes et par les autres délégués.

Tous, nous espérons que, malgré ces quelques défaillances matérielles, le séjour à Paris de nos hôtes étrangers sera aussi agréable que fructueux.

par P. NAVELLIER,
Conseiller Scientifique de l'I. F. C. C.

Le premier colloque international organisé sous les auspices de l'Institut Français du Café et du Cacao a été consacré à la chimie du café.

Quels enseignements souhaitons-nous tirer de notre réunion, nous qui vous avons appelés, et vous qui, malgré toutes vos occupations, avez fait l'effort méritoire de venir jusqu'ici ?

Il nous est sans doute apparu à tous que les connaissances chimiques concernant le café sont souvent en retard sur les connaissances technologiques qui, elles, bénéficient d'une ample et fructueuse expérience. Et il nous semble (n'est-il pas vrai ?) que les études chimiques pourraient aider, et peut-être même guider, la technologie vers de nouveaux progrès.

Puisque les propriétés technologiques du café, et aussi ses propriétés organoleptiques et physiologiques sont sous la dépendance de sa composition chimique, on constate en fin de compte que les facteurs économiques relatifs à la production et à la consommation du café sont fortement influencés par ses caractères intrinsèques, c'est-à-dire par la composition chimique du café, considéré aux divers stades de sa production et de son utilisation.

Il y a donc lieu d'examiner :

— D'abord, la composition du **café vert**, en fonction des facteurs génétiques, agronomiques et technologiques, notamment en ce qui concerne les **précurseurs** dont la présence et les transformations ultérieures conditionnent la composition de la boisson, c'est-à-dire ses qualités. La comparaison entre les précurseurs des cafés Arabica et Robusta nous intéresse particulièrement.

— Ensuite, la composition du **café torréfié**, depuis les réactions chimiques complexes provoquées par la torréfaction, jusqu'à l'altération de la denrée au cours de sa conservation.

— Après, le **café-boisson**, qui ne résulte pas d'une simple dissolution des principes solubles dans l'eau, mais dont la préparation fait également intervenir des phénomènes de désorption de matières aromatiques et de gaz, d'adsorption par les marcs, d'hydrolyse, etc... Il faut encore considérer l'influence que l'eau utilisée exerce sur la qualité de la boisson et celle des additifs habituels (sucre, lait, parfois alcool) sur l'assimilation et les effets physiologiques des principes actifs du café.

— Enfin, d'importants problèmes sont posés par la chimie des dérivés du café ; extraits liquides ou solides, café décaféiné, préparations aromatiques à base de café, sans oublier les sous-produits dont l'utilisation judicieuse est souhaitable.

Sans doute, toutes ces questions ont déjà fait l'objet d'importants travaux, mais il subsiste assez d'inconnues pour que les sujets d'études à envisager soient encore très vastes. Bien que ceux qui nous occupent soient orientés avant tout vers la chimie, ils confinent inévitablement avec les disciplines scientifiques les plus diverses.

Aussi, avant d'entreprendre de nouvelles recherches, nous avons pensé qu'il serait profitable d'en parler avec vous.

Que pouvons-nous en effet attendre de notre rencontre ?

D'abord, le plaisir de nous connaître ou de nous retrouver et de développer ces liens de compréhension

et d'amitié qui seront le meilleur ferment de notre action. J'espère que les courts instants de répit qui nous seront accordés entre les séances de travail nous permettront d'assurer ces précieux contacts humains.

Ensuite, nous entendrons avec intérêt les exposés que vous avez bien voulu préparer à l'intention de ce colloque, ainsi que les discussions qui ne manqueront pas de les compléter. Nous espérons que les résumés que vous avez reçus à votre arrivée faciliteront la préparation de vos interventions. Nous vous serons reconnaissants de les noter sur les feuilles qui vous seront remises par le secrétariat.

Enfin, la liste de vos publications antérieures a été remise à tous les participants pour leur permettre de contrôler ou de compléter leur propre documentation.

Sans doute, ceux d'entre vous qui appartiennent à des sociétés privées seront-ils tenus à une certaine réserve, fort compréhensible, pour l'exposé des tours de main ou des procédés de fabrication. Mais je suppose que, en ce qui concerne la connaissance scientifique, le secret d'aujourd'hui sera divulgué demain par un autre chercheur. J'espère donc que chacun de vous pourra nous faire tous bénéficier de son expérience, du moins sous des aspects purement scientifiques.

* * *

Nous avons tenté de grouper les rapports en trois rubriques.

La première, consacrée à l'inventaire des constituants des cafés verts et torréfiés et aux moyens d'investigation correspondants, s'apparente à la recherche fondamentale.

La seconde, qui traite du rôle de ces constituants, lance un pont vers la recherche appliquée.

La troisième enfin, essentiellement pratique, comporte l'examen des aspects chimiques de la technologie du café.

Laboratoires de chimie de l'IFCC : salle d'analyses

Mais toute classification est arbitraire et je vous prie de nous excuser si, en fait, la succession des exposés s'écarte quelque peu de cette répartition purement conventionnelle.

L'Institut Français du Café et du Cacao se dispose donc à prendre en charge une partie des études nécessaires, notamment parmi celles dont le caractère fondamental serait difficilement compatible avec les exigences de la recherche privée.

C'est pour cela que l'I. F. C. C. vient de faire installer les laboratoires que vous visiterez.

Vous pourrez constater que leur équipement est encore incomplet. Mais ne pensez-vous pas qu'un laboratoire de recherches ne doit jamais être considéré comme complètement équipé, sous peine de faillir à sa tâche ?

Il démarre en effet avec un programme de travail défini, dont l'exécution nécessite l'utilisation de certaines techniques, de certains appareils. Pendant l'exécution de ce programme, il apparaît souvent de nouvelles techniques, de nouveaux appareils, qui permettent de travailler dans de meilleures conditions de précision ou de rapidité ; si les crédits sont suffisants, il est alors souhaitable de compléter, ou même de remplacer, l'équipement initial.

En outre, peu à peu, de nouveaux problèmes se posent dont la résolution peut exiger un nouveau matériel.

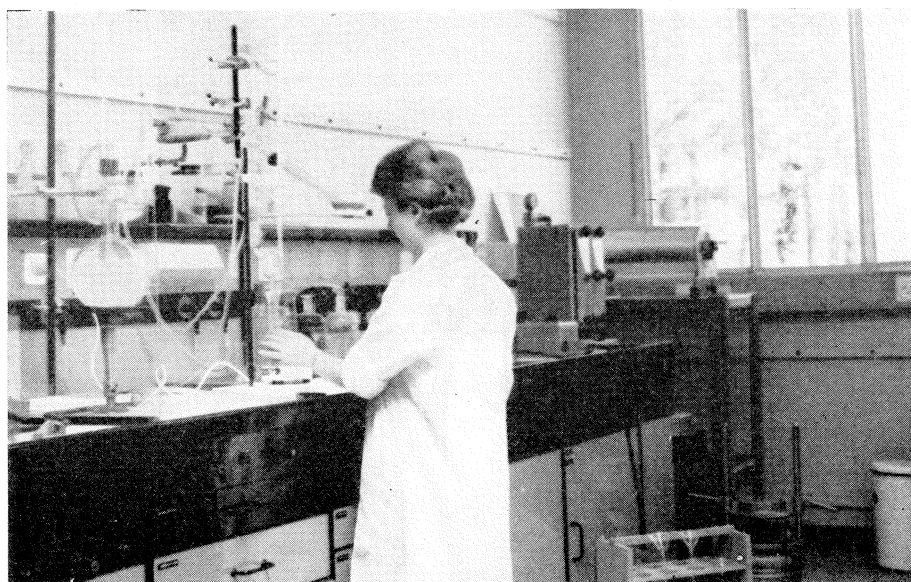
Un laboratoire de recherches est donc dans une constante évolution et c'est cette idée qui nous a guidés dans l'installation de celui de l'I. F. C. C.

J'ajouterai que cette conception a bénéficié de l'accord le plus confiant du Directeur Général, M. COSTE, et des autorités de tutelle, ainsi que de la compréhension active et intelligente des architectes et des entrepreneurs, qui ont eu à aménager en laboratoire un vaste hangar, utilisé précédemment comme galerie de machines.

Ainsi que vous le verrez, une même entrée, un même couloir desservent les sections de chimie et de technologie, qui sont appelées à collaborer étroitement. Les salles de travail de chimie sont assez petites, indépendantes, mais elles communiquent entre elles, matériellement et intellectuellement.

Leur équipement de base ne comporte pas d'éléments immuables. Les paillasses et les hottes, de conception moderne, occupent environ le quart de la périphérie de chaque salle ; elles peuvent être facilement complétées ou déplacées. Les cloisons sont aménagées pour recevoir des appareils muraux, desservis par des tables mobiles. Ces appareils sont à poste fixe, toujours disponibles, mais facilement démontables lorsqu'une réorganisation deviendra nécessaire.

Cette disposition, qui utilise les murs comme surface de travail, permet de diminuer la surface unitaire d'occupation au sol, c'est-à-dire le quotient de la surface du



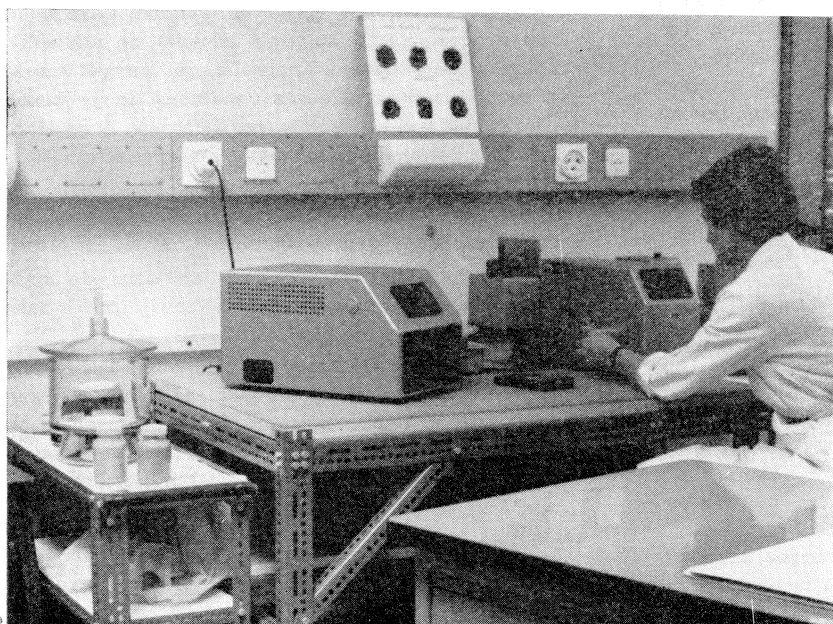
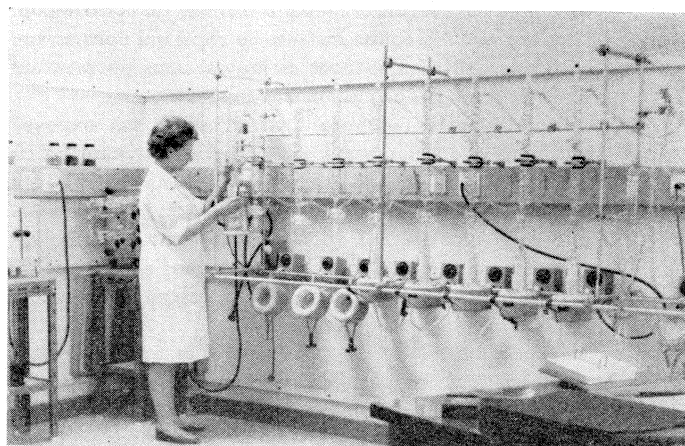
laboratoire par le nombre de personnes qui y travaillent.

C'est donc un laboratoire inachevé que nous vous montrerons et la poursuite de son équipement dépendra en partie de l'orientation de ses activités, telle qu'elle résultera de notre colloque.

Mais il est temps de commencer les travaux et de laisser la parole à nos visiteurs. Je regrette toutefois que leur affluence même ait obligé à limiter la durée des exposés et des discussions.

C'est pourquoi nous vous suggérons de prolonger les échanges de vues, au-delà du colloque, dans des commissions d'étude que vous pourrez constituer. Vous déclencheriez ainsi une « réaction en chaîne », qu'il vous appartiendrait d'orienter à votre gré.

Nous aurons bientôt l'occasion d'en reparler.



Laboratoires de chimie de l'IFCC

- ci-dessus, batterie d'extracteurs
- ci-contre, salle de physique

*Secrétariat du Centre de recherches de l'IFCC
à Nogent-sur-Marne*



SUR L'INTÉRÊT D'UNE STANDARDISATION DES TECHNIQUES ANALYTIQUES ET DE L'EXPRESSION DES RÉSULTATS EN VUE D'UNE COORDINATION INTERNATIONALE DES RECHERCHES

Dr E. ILLY

Directeur de la Société « Illy et Hausbrandt » (Trieste)

Je suis un industriel dans le domaine des cafés torréfiés et j'exerce mon activité dans quatre pays européens.

Les considérations suivantes sont dictées par l'expérience du travail quotidien et je souhaite qu'elles puissent également susciter l'intérêt de ceux qui s'occupent de la recherche pure, loin des applications pratiques.

Dans le volume des échanges internationaux, le café vient après le pétrole et avant l'acier. On pourrait s'imaginer qu'à l'énorme intérêt économique de ce produit correspond un pareil intérêt scientifique ; malheureusement, nous devons reconnaître que, jusqu'à présent, la recherche scientifique s'est infiniment moins intéressée au café qu'au pétrole et à plusieurs autres produits, qui pourtant jouent un rôle bien moindre dans l'économie de pays entiers.

Très probablement, ceci dérive de divers facteurs et principalement du fait que le café a toujours été l'objet de l'intérêt des seuls commerçants et traité seulement comme un produit d'échange, dont on négligeait la connaissance des procédés de transformation, considérés comme élémentaires. Pour le chercheur, au contraire, le problème du café a toujours été très complexe à cause de la nature variable de tous les produits de la terre combinés avec une extrême complexité et instabilité au point de vue chimique.

Au début de la recherche scientifique sur le pétrole se sont posés les mêmes problèmes de standardisation et de normalisation, à l'égard de la préparation des échantillons et des méthodes de recherche, que ceux qui s'imposent à l'attention dans notre domaine spécifique. Les développements incroyables de la chimie

du pétrole doivent être surtout attribués à la clarté avec laquelle on a mis au point le problème de la recherche pendant la phase initiale. Les amples horizons que la recherche scientifique a ouverts dans le domaine du pétrole, employé au début seulement comme source



de lumière et père aujourd'hui d'une des séries les plus disparates de produits chimiques, invitent à consacrer beaucoup plus d'énergie, d'intelligence et de capitaux à la recherche scientifique sur le café.

Actuellement, le café n'est utilisé que comme boisson et la façon d'obtenir celle-ci varie d'un pays à l'autre, soit selon les types de café employés et les façons de le torrifier, soit selon les procédés de préparation de l'infusion.

De même, au cours du temps, les techniques de torrification et de préparation de la boisson ont subi des variations notables qui n'ont jamais été évaluées à la lumière d'un contrôle scientifique. Chaque pays est convaincu que son café est juste et cette croyance est tellement enracinée que même le chercheur ne trouve pas nécessaire de définir les méthodes suivies pour la préparation de l'échantillon, parce que son café c'est le « café ». Cette attitude provoque la dispersion des efforts des chercheurs, étant donné que leurs résultats ne peuvent être ni adoptés, ni compris par le chercheur d'un autre pays et que, lorsqu'on veut adopter la méthode déjà suivie, par d'autres, on se heurte à l'énorme difficulté représentée par le manque de données spécifiant les caractéristiques du café analysé. C'est pourquoi l'adoption d'un langage scientifique uniforme et précis s'impose dans la description des échantillons ; elle sera faite selon des normes et des procédés standards qui le définissent de façon précise.

En effet, un bref coup d'œil à la littérature scientifique sur le café suffit pour mettre en évidence combien elle est incomplète ; il est impossible d'évaluer les résultats qui y sont exposés en les confrontant avec sa propre expérience, à cause de l'insuffisance des données sur les procédés et les techniques suivis dans la préparation de l'échantillon examiné.

Pour obvier à cet inconvénient, nous proposons que chaque travail de recherche sur le café comporte une série de données comprenant une définition complète de l'échantillon, selon les normes suivantes :

- 1) Normes pour la définition du café vert ;
- 2) Normes pour la définition de trois méthodes standards de torrification ou plus ;
- 3) Normes pour la définition des caractéristiques du café torréfié ;
- 4) Normes pour la définition des caractéristiques du café torréfié moulu ;
- 5) Normes pour la définition de la préparation du café-boisson ;
- 6) Normes pour la définition d'une législation internationale relative aux cafés verts et torréfiés ;
- 7) Normes pour la définition des techniques analytiques de contrôle, conformes à la législation du point précédent.

1) DÉFINITION DES CARACTÉRISTIQUES DU CAFÉ VERT

Description du type (Arabica, Robusta, Liberica) et de la sous-espèce (Bourbon, Moka, Maragogype) ; indication de la provenance (mieux si la zone ou le département est spécifié), de l'altitude de la plantation et du type de la plantation (café sauvage, plantation à la brésilienne ou ombragée, etc.), de l'année de la récolte, de la méthode de préparation du café (naturel, brésilien, semi-lavé, lavé ; pour les types lavés, il est opportun de connaître la durée et la température de la fermentation), du crible (important pour connaître la surface des grains, car celle-ci influence la torrification), de la teneur en humidité (il faudrait choisir un seul critère : par exemple en se basant sur la conductibilité des grains, ou bien par pesée et dessiccation au four à 105° C, ou bien par pesée et dessiccation au four à 105° C sous vide de 40 mm de mercure).

La définition précise du café vert, au moyen du plus grand nombre possible de données, permet d'établir avec précision les caractéristiques de la matière première et l'influence de celle-ci sur les phases successives de la transformation.

2) DÉFINITION DE TROIS OU PLUSIEURS MÉTHODES STANDARDS DE TORRÉFACTION

La transformation du café vert en café torréfié est effectuée dans les laboratoires selon des méthodes très diverses ; l'un torréfie dans un ballon, l'autre dans un torrificateur de laboratoire à gaz ou électrique, un autre encore le fait à la poêle.

Selon l'un des systèmes, le café est remué et principalement chauffé par convection ; selon l'autre, il est immobile et on le chauffe principalement par conduction. En outre, l'atmosphère dans laquelle le procédé se déroule est variable. Tout aussi divers sont les procédés industriels, variant soit selon le type des machines et le système de chauffage, soit selon le procédé suivi d'un pays à l'autre.

Chacun de ces procédés conduit à des cafés torréfiés bien divers, même si on employait la même matière première de base. Il serait donc nécessaire de définir trois méthodes standards de torrification ou plus, permettant de reproduire au laboratoire les procédés typiques qui peuvent être identifiés avec les techniques de torrification américaine, allemande, française ou italienne.

La torrification italienne par exemple est caractérisée par des temps plutôt longs (18-22 mn) et des températures finales très hautes (225°-235° C). La torrification en Allemagne est caractérisée par des temps très brefs (7-9 mn), de grands apports de chaleur et des températures finales plutôt basses (160°-190° C).

Il dérive de ceci la nécessité d'indiquer les températures initiales et finales, les temps de torréfaction et la couleur du café et tous les autres éléments spécifiques de ces procédés et de suivre, lors de la préparation de l'échantillon qu'on voudra soumettre à des recherches ultérieures, un de ces systèmes.

3) DÉFINITION DES CARACTÉRISTIQUES DU CAFÉ TORRÉFIÉ

Pour permettre la reproduction aisée au laboratoire des procédés typiques de torréfaction auxquels on aura donné la préférence, il serait opportun de pouvoir disposer d'une machine à torréfier de laboratoire élastique, qui puisse être utilisée sans modifications complexes, selon l'un ou l'autre système. Cette machine devrait rendre possibles les contrôles suivants :

- a) température des fumées et des gaz en amont et en aval ;
- b) température des grains ;
- c) quantité de chaleur absorbée par le café pendant les différentes phases de torréfaction ;
- d) temps de torréfaction ;
- e) quantité de gaz chauds qui entrent en contact avec les grains ;
- f) atmosphère utilisée pour torréfier (réductrice, oxydante, neutre) et sa teneur en eau ;
- g) température des gaz de refroidissement ;
- h) température des grains pendant le refroidissement ;
- i) milieu oxydant, réducteur ou neutre dans lequel se réalise le refroidissement et sa teneur en eau ;
- j) perte de poids à la torréfaction et humidité du café torréfié ;
- k) gonflement apparent.

Les variables semblent nombreuses, mais des recherches effectuées dans nos laboratoires sur un grand nombre d'échantillons de café torréfié nous permettent de penser que chacune d'elles peut influencer le résultat final. C'est aux différentes combinaisons de ces variables que l'on doit attribuer les résultats très divers qu'on obtient en partant de cafés semblables dans des pays différents.

Connaître l'influence des variables ci-dessus mentionnées sur le résultat final permettrait :

- a) de concevoir des torréfacteurs industriels, basés sur une réelle connaissance du procédé de torréfaction qu'ils devront réaliser, en évitant de procéder par pur empirisme ;
- b) de régler la marche du torréfacteur en se basant sur des éléments bien clairs et différents selon les types de café torréfié qu'on désire obtenir ;
- c) de connaître l'influence que les divers procédés de torréfaction exercent sur les transformations successives, comme la mouture et la préparation de l'infusion.

4) DÉFINITION DES CARACTÉRISTIQUES DU CAFÉ TORRÉFIÉ MOULU

Une fois obtenu un échantillon de café torréfié bien défini selon les normes exposées précédemment, il faut le mouler. Chacune des variables que nous avons vues a son influence sur la friabilité du grain qui, suivant le type de torréfaction utilisé, produira des granulations très diverses, même s'il a été moulu dans les mêmes conditions et dans le même appareil.

Il serait très opportun d'indiquer la teneur en humidité du café torréfié à mouler, étant donnée la grande influence que celle-ci exerce sur la friabilité du grain. Il est nécessaire, en outre, de décrire le type de moulin utilisé (à meules plates, à meules coniques, à cylindres, centrifuge à obstacles), parce que chaque moulin provoque sa propre distribution granulométrique, qui influence les phases successives de la recherche.

L'analyse granulométrique faite au moyen de tamis, ne donne des résultats qu'avec les cafés torréfiés clairs, qui restent plutôt résistants et produisent de petites quantités de poudre fine et dans lesquels les matières grasses ne sont pas démolies au point de les rendre fluides à la température ambiante et pour des moutures grossières.

Dans le cas d'une mouture fine des cafés torréfiés foncés, on ne peut pas se servir du tamisage parce que les gouttelettes de graisse qui affluent sur les particules retiennent les particules plus fines et les empêchent de se séparer. Il est nécessaire, si l'on veut tamiser, de dégraisser le café moulu et, dans ce cas, le café torréfié et dégraissé devient tellement fragile que les résultats obtenus dépendent considérablement des temps de tamisage, étant donné que les particules se fractionnent ultérieurement en se heurtant contre les fils du tamis.

Pour des cafés torréfiés clairs de granulations grosses ou moyennes, une technique de grande valeur est celle que suggère LOCKHART dans son traité « Analysis of coffee grinds » (publication 32, avril 58, CBI) tant pour la partie inhérente à la préparation de l'échantillon que pour la séparation.

Pour des cafés torréfiés foncés, de granulations fines ou moyennes, la pratique suggère de préparer l'échantillon selon la technique de LOCKHART et de l'analyser ensuite selon des méthodes basées sur la vitesse de sédimentation et le poids spécifique.

5) DÉFINITION D'UNE INFUSION DE CAFÉ

Pour toutes les recherches relatives aux infusions de café torréfié, il serait utile d'indiquer d'abord les techniques de torréfaction et de mouture suivies, ainsi que

l'analyse granulométrique, et de définir enfin l'infusion selon les aspects suivants :

- a) caractéristiques de l'eau (analyse, dureté temporaire et permanente, pH),
- b) rapport café-eau,
- c) température de l'eau et de l'infusion obtenue,
- d) durée de l'extraction,
- e) pression de l'extraction (hauteur du battant d'eau pour les filtres, pression de la vapeur pour les machines à vapeur, pression du piston pour les machines espresso et variations de la pression du piston dans les machines espresso à ressort),
- f) caractéristiques du tourteau qu'on veut soumettre à l'extraction (café non pressé, ou si pressé avec quelle pression, épaisseur du tourteau et son diamètre),
- g) caractéristiques du filtre.

Il faudrait en outre indiquer le pourcentage d'extrait relatif à la quantité de café utilisée et au volume de boisson obtenu et le pH de la boisson.

Cet ensemble de variables a une telle importance à l'égard du résultat final, la tasse qui sera consommée, que la décision d'entreprendre un travail de recherche systématique au laboratoire a été déterminée par le désir de connaître l'influence des variables mentionnées ci-dessus et leurs actions réciproques.

La connaissance réelle des influences et des actions réciproques que ces variables exercent sur la qualité de l'infusion obtenue à partir d'un type de café permettra :

- a) la réalisation de machines pour la préparation du café plus soigneusement étudiées en vue de l'emploi particulier auquel elles sont destinées,
- b) l'amélioration des procédés industriels d'extraction du café destiné à la transformation en café soluble ou liquide,
- c) l'étude de nouveaux systèmes de transformation et d'emploi du café comme boisson.

Pour illustrer ce qui a été exposé jusqu'ici, cherchons à définir un échantillon d'infusion sous examen selon les normes proposées :

Café vert : Santos, Bourbon, Arabica, crible 17, description « greenish, good to fine roast, mild taste, fine cup », provenance São Paulo, district Mogyana, altitude 500 m.

Plantation brésilienne, récolte 1962.

Humidité 11 %.

Torréfaction : effectuée dans une machine électrique de laboratoire avec atmosphère d'azote, température XYZ° C, durée 6'30". Torréfaction « à l'allemande », couleur mesurée au leucomètre : 72. Refroidissement avec de l'air à la température de 17° C, durée 3'5" pour que le café torréfié atteigne 30° C.

Gonflement apparent :

Poids de l'échantillon vert 200 g ; poids de l'échantillon torréfié 170g.

Mouture avec moulin à café ou meules plates ; analyse granulométrique système LOCKHART (mesh x, ...% mesh y, ...%).

Humidité du café torréfié à moudre : 2,2 % au four à 105° pendant 3 h.

Infusion : préparée avec filtre.

Eau distillée, rapport café-eau : 15 g/200 cc = 0,075 ; température de l'eau : 100° C.

Température de l'infusion : 68° C.

Extraction 6'.

pH infusion : 4,9.

Pression : caractéristiques du tourteau initial : diamètre 7 cm, épaisseur x mm, nivelé et pressé avec y kg.

Filtre : métallique avec x trous par cm², de diamètre y mm.

6) DÉFINITION D'UNE LÉGISLATION INTERNATIONALE RELATIVE AUX CAFÉS VERTS ET TORRÉFIÉS

Ayant accepté cette classification, je me permets de décrire l'embarras d'un vendeur italien de café qui commence à travailler en Suède. Ses prix sont hyperboliques pour ce marché, mais c'est simple : la perte de poids du café à l'italienne est de 21 %, celui du café suédois est de 15 % ; en outre, la teneur en humidité du café italien est de 1,5 % parce qu'il est vendu dans des boîtes métalliques tandis que le café suédois, vendu moulu dans des sacs de papier, a une humidité de 7 %. La différence de prix des deux cafés est de l'ordre de 11,5 %.

Il y a des pays où l'on peut vendre du café torréfié moulu contenant 12 % d'humidité, d'autres où la teneur maximum est de 5 % (au moins). Dans certains pays, il est permis d'user d'embellissements et d'ajouter du sucre ou des succédanés, dans d'autres, on considère ceci comme une fraude commerciale.

Le chaos est grand et si on veut favoriser l'expansion industrielle, à partir de l'aire nationale la plus limitée jusqu'à l'aire du Marché Commun, il est nécessaire d'exiger une réglementation uniforme internationale.

Je me permets de proposer que l'I.F.C.C. recueille les différentes lois et dispositions en matière de café vert et torréfié de chaque pays afin d'étudier une réglementation uniforme et son adoption dans chaque pays.

7) DÉFINITION DES TECHNIQUES ANALYTIQUES DE CONTRÔLE CONFORMES A LA LÉGISLATION DU POINT PRÉCÉDENT

A côté du problème posé ci-dessus apparaît immédiatement la nécessité d'un système d'analyses de contrôle normalisé et accepté par les pays qui auront adopté la législation uniforme.

Il est non seulement important de définir ce qui est permis ou défendu, mais aussi de définir des normes de contrôle, pour combattre les fraudes éventuelles ; actuellement, chaque laboratoire est libre d'employer n'importe quel système d'analyses et les résultats ne s'accordent pas toujours. Il faudrait choisir les techniques d'analyses les plus dignes de crédit et les proposer aux différents chercheurs et aux laboratoires de contrôle.

C'est un problème dont l'importance est profondément sentie par les hommes qui se consacrent à cette branche de la science et j'espère trouver des alliés parmi les plus compétents et les mieux préparés à affronter ce thème.

La collecte des méthodes d'analyses et le choix de celles qui seront le plus dignes d'être suggérées au niveau international devrait incomber à l'I.F.C.C., organe le plus qualifié pour prendre une telle initiative.

Après avoir considéré la nécessité de normaliser les définitions et les techniques de préparation d'un échantillon de café torréfié, il sera opportun d'étendre le même critère de standardisation aux recherches physiologiques et pharmacologiques.

En effet, la recherche sur le café n'est pas limitée à la chimie et aux différentes techniques de transformation et de contrôle, mais elle s'étend aux effets du café sur l'organisme humain. Un très grand nombre de

travaux a été publié sur l'action physiologique et pharmacologique du café (et en particulier de la caféine), mais toujours avec d'insuffisantes références au type de café utilisé et à la technique suivie.

Je me permets de proposer qu'on adopte aussi dans ce domaine les systèmes standards de préparation de l'échantillon avec toutes les descriptions inhérentes, ce qui conduirait à une interprétation plus facile des résultats.

J'estime, en outre, que la recherche devrait être aussi consacrée aux effets physiologiques bienfaisants du café, car, du moins en Italie, on a l'impression que l'intelligence et l'énergie des savants spécialisés dans cette branche sont uniquement concentrées sur les effets négatifs du café, ce qui provoque perplexité et doutes chez le public.

En suivant les normes suggérées, la confrontation des résultats obtenus par les différents chercheurs sera très aisée et couvrira tous les types de procédés et de transformations actuellement utilisés dans l'industrie et sur les marchés des différents pays.

Les conséquences d'une telle coordination des recherches devraient se faire sentir dans un temps très bref, rendant plus aisé un processus d'industrialisation partout en cours et posant les bases d'une recherche dédiée à l'amélioration qualitative des cafés torréfiés.

En effet, dans le monde moderne, les consommations des pays industrialisés dépendent largement de la recherche scientifique et influencent de façon quelquefois déterminante les destins de continents entiers. Une grande partie de l'économie de l'Amérique centrale et méridionale et de l'Afrique dépend de leurs exportations de café et c'est nous qui avons la responsabilité d'augmenter la consommation du café, en étendant aussi à ce produit les énormes avantages dérivés de la recherche scientifique systématique, afin d'offrir aux consommateurs une boisson de qualité, toujours meilleure et plus variée.

DISCUSSION

M. J. E. HEESTERMAN : Quelle est la teneur optimale en humidité d'un café torréfié, non pas du point de vue légal mais pour obtenir le meilleur arôme et le conserver aussi longtemps que possible ? L'arôme du thé est très influencé par la teneur en humidité ; il semblerait que celui du café le soit moins.

— M. E. ILLY : Il est difficile de donner un chiffre, car trop de facteurs interviennent : en effet, par exemple, la qualité de la boisson est influencée par la surface de contact eau-café, or la teneur en eau a une répercussion sur la mouture (friabilité), mais dans quelle mesure ?

M. P. NAVELLIER : Je suis particulièrement heureux que nous ayons demandé à M. ILLY de présenter ce premier exposé, car il a, en quelques instants, délimité le cadre dans lequel nous devons trouver le moyen d'inscrire toutes nos préoccupations. M. ILLY a non seulement donné le plan du colloque, mais celui de notre travail futur.

Le Président (M. V. JANS) : J'ai été très intéressé par cet exposé dont je relèverai le point suivant : l'importance de la comparaison des textes législatifs en vigueur dans les différents pays. L'IFCC aura la tâche de recueillir ces textes, mais il importe surtout de savoir comment ils sont appliqués. Pour cela, il sera souvent nécessaire de sortir du cadre du café et de rechercher, par exemple, les principes de fabrication, les impuretés tolérées dans l'atmosphère, etc...

Un exemple qui me vient à l'esprit est celui du problème qui s'est récemment posé au sujet de la teneur en caféine des cafés décaféinés : il faut dans ce cas non seulement considérer la teneur en caféine proprement dite, mais aussi les moyens autorisés pour arriver à cette teneur, la pureté du solvant utilisé, les résidus de solvant, les résidus des impuretés du solvant, etc..., les règles d'importation et d'exportation du solvant.

Au moment d'un procès ou d'une expertise, chacun croit avoir raison parce que les façons de considérer le problème sont différentes. Il est donc important de comparer les législations et leurs applications en dehors de tout litige et sans passion.

ILLY (E.). — **Sur l'intérêt d'une standardisation des techniques analytiques et de l'expression des résultats, en vue d'une coordination internationale des recherches.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, Vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 185-191.

Si le café joue un rôle économique important, les recherches scientifiques auxquelles il a donné lieu sont par contre très minimes. Actuellement, la seule utilisation du café est la boisson. Les modifications apportées aux techniques de torréfaction, de préparation de la boisson, etc... n'ont jamais été contrôlées scientifiquement. De plus, les chercheurs des différents pays ne se donnent pas la peine de préciser les caractéristiques des méthodes et des échantillons qu'ils utilisent, si bien que leurs résultats ne sont pas exploitables par d'autres.

Aussi suggère-t-on que chaque étude sur le café comprenne une série de données présentées suivant des normes qui sont proposées :

- normes pour la définition du café vert,
- normes pour la définition de trois méthodes standards de torréfaction ou plus,
- normes pour la définition des caractéristiques du café torréfié,
- normes pour la définition des caractéristiques du café torréfié et moulu,
- normes pour la définition de la préparation du café boisson.

Des normes pour une législation internationale relative aux cafés verts et torréfiés et pour définir des techniques analytiques de contrôle, conformes à cette législation, sont également exposées.

La recherche devrait aussi se consacrer aux effets physiologiques bienfaisants du café, car on a l'impression que les travaux faits dans ce domaine ont, jusqu'à maintenant, été essentiellement axés sur les effets nocifs du café.

ILLY (E.). — **On the importance of standardizing analytical techniques and the means of expressing results with a view to the international co-ordination of research.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leur dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao thé*, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 185-191.

If coffee plays an important part in general economics, very little scientific research has been carried out on the subject. At present the only use for coffee is as a beverage. The modifications applied to the techniques of roasting, preparation of the beverage, etc, have never been controlled scientifically. Furthermore, the research workers of different countries do not take the trouble to indicate the details of the methods or samples used, so that it is not possible for others to exploit the results obtained.

ILLY (E.). — **Über das Interesse einer Normung der Analysentechniken und des Ergebnissausdrucks im Hinblick auf eine internationale Koordination der Forschungen.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, Vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 185-191.

Wenn auch der Kaffee eine grössere wirtschaftliche Rolle spielt, so sind doch die wissenschaftlichen Forschungen, zu denen es Anlass gegeben hat, noch geringfügig. Das Getränk ist augenblicklich die einzige Verwendungsform des Kaffees. Die hinsichtlich der Rösttechnik, der Bereitung des Kaffees usw. vorgenommenen Änderungen sind niemals wissenschaftlich überprüft worden. Weiterhin geben sich die Forscher der verschiedenen Länder nicht die Mühe die Kennwerte der verwendeten Methoden und Proben anzugeben, so dass die Ergebnisse von

ILLY (E.). — **Acerca del interés de una normalización de las técnicas analíticas y de la expresión de los resultados con miras a una coordinación internacional de las investigaciones.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leur dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 185-191.

Si el café desempeña un papel económico importante, en cambio las investigaciones científicas a las que ha dado lugar son insignificantes. Actualmente, la única utilización del café es la bebida. Las modificaciones llevadas a las técnicas de torrefacción, preparación de la bebida, etc. no han sufrido nunca un control científico. Además, los investigadores de los diferentes países no se toman la molestia de precisar las características de los métodos y de las muestras que utilizan, de manera que sus resultados no pueden ser utilizados por otros.

Hence, it has been suggested that each series of investigations on coffee should include data on the following norms which are suggested :

- norms for the definition of green coffee,
- norms for the definition of three standard methods of roasting or more,
- norms for the definition of the various characteristics of roasted coffee,
- norms for the definition of the various characteristics of roasted and ground coffee,
- norms for the definition of the preparation of coffee as a beverage.

Norms for international legislation on green and roasted coffee and in order to define the analytical techniques of control tests, in accordance with this legislation, are also discussed.

Research investigation should also be devoted to the beneficial physiological effects of coffee, as the general impression is that research work has, so far, been mostly concerned with the noxious effects of coffee.

anderen nicht benützt werden können. Es wird deshalb eingegeben, dass bei jeder Untersuchung über Kaffee eine Reihe von Angaben nach den folgenden Normen gemacht werden :

- normen für die Beschreibung des rohen Kaffees,
- normen für die Beschreibung von drei oder mehr Standardmethoden für das Rösten,
- normen für die Beschreibung des gerösteten Kaffees,
- normen für die Beschreibung des gerösteten und gemahlten Kaffees,
- normen für die Bereitung des Kaffeegetränkes.

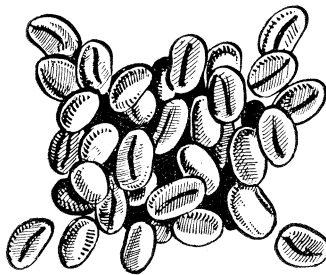
Es werden gleichfalls Normen für eine internationale Gesetzgebung über die rohen und gerösteten Kaffees, sowie dieser Gesetzgebung entsprechende Normen zur Festlegung des Überprüfungstechniken dargestellt. Die Forschung sollte sich auch mit den wohltuenden physiologischen Wirkungen des Kaffees befassen, denn man hat den Eindruck dass die Forschungen auf diesem Gebiete bisher hauptsächlich die schädliche Wirkung des Kaffees zum Gegenstand hatten.

Por ello, se sugiere que cada estudio sobre el café comprenda una serie de datos según las normas que se proponen :

- normas para la definición del café verde,
- normas para la definición de tres métodos normalizados de torrefacción, o más,
- normas para la definición de las características del café tostado,
- normas para la definición de las características del café tostado y molido,
- normas para la definición de la preparación del café-bebida.

Se exponen asimismo, normas para una legislación internacional relativa a los cafés verdes y tostados y para definir procedimientos analíticos de control, conforme a esta legislación.

— Las investigaciones deberían también dedicarse a los efectos fisiológicos benéficos del café, pues se tiene la impresión de que los trabajos realizados en este aspecto, hasta el presente, han tratado primordialmente acerca de los efectos nocivos del café.



DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU DES CAFÉS

Méthode de référence et méthodes pratiques

A. GUILBOT

Directeur du laboratoire de biochimie et de physico-chimie
des céréales, I. N. R. A., C. E. R. D. I. A., Massy

INTRODUCTION

Est-il besoin de rappeler l'importance que présente la détermination de la teneur en eau dans les cafés, comme dans tous produits alimentaires ?

Pour l'analyste, cette détermination est naturellement indispensable pour rapporter les résultats de ses différents dosages à une base fixe, la matière sèche, et les comparer valablement à ceux obtenus dans d'autres laboratoires.

Pour la conservation et les transformations technologiques dont le café est l'objet, ainsi que l'ont rappelé encore récemment BAIÃO ESTEVES (1) et NAVEL-LIER (2), la connaissance de la teneur en eau est un élément de premier ordre :

Comme tous les produits biologiques, le café présente, en effet, une certaine affinité pour l'eau, et au fur et à

mesure que le degré de liberté de celle-ci variera avec l'hydratation, diverses modifications seront susceptibles de se produire :

- développement de microorganismes et actions enzymatiques dans le café vert, aux humidités élevées ;
- phénomènes chimiques, oxydations, aux plus faibles teneurs en eau ;
- modifications de l'arôme dans les cafés grillés.

C'est de la teneur en eau de l'échantillon que dépendra la décision de sécher un lot, de le stocker ou de le traiter dans telle ou telle condition.

Enfin, en dehors de l'influence de l'hydratation sur la qualité du produit, il n'est pas indifférent, dans les transactions commerciales, de payer l'eau au prix du café, et il conviendra de fixer des teneurs en eau limites (3-4-5-6-7).

Le dosage de l'eau apparaît donc comme une opération courante, presque banale pour l'analyste ; et cependant il n'est pas exagéré de dire que la mesure de la quantité d'eau existant dans une substance représente une des déterminations analytiques les plus délicates qui soient ; d'autant qu'il s'avère de plus en plus indispensable d'obtenir des résultats aussi exacts et reproductibles que possible.

Dans le cas du café, il ne semble pas que les moyens de mesure envisagés aient fait, jusqu'à présent, l'objet d'études suffisamment approfondies.

Erratum — dans l'article de A. GUILBOT paru dans *Café Cacao Thé*, vol. VII, n° 1, 1963, nous vous demandons de bien vouloir lire :

— p. 52, 2^e alinéa, 5^e ligne : en eau, avec une atmosphère anhydre, à une température comprise entre...,
au lieu de : en eau, à une température comprise entre...

— p. 55, dernière colonne, 9^e ligne : $100 \left(1 - \frac{Mm}{Em'}\right)$
au lieu de : $100 \frac{(1-Mm)}{Em'}$

DOSAGE DE L'EAU DANS LE CAFÉ VERT

Examen critique des méthodes existantes

Les méthodes proposées actuellement (8) sont basées, soit sur une perte de poids par séchage à l'étuve à 125° C (6) et plus fréquemment vers 100° C (1-4-9), soit sur l'extraction de l'eau par entraînement avec différents solvants tel que le xylol (5-10), soit sur le dosage chimique par la méthode de FISCHER (11-12).

Les descriptions actuellement fournies pour ces différentes méthodes nous paraissent soulever un certain nombre de critiques :

1. — Si l'opération de séchage est effectuée sur les grains entiers, il risque de se former en surface une couche imperméable qui empêche finalement la diffusion complète de l'eau se trouvant à l'intérieur du grain.

2. — Lorsque l'échantillon est soumis à une pulvérisation préalable, les conditions de broyage (dimensions des particules après broyage ; zone de teneurs en eau dans laquelle l'opération peut être effectuée) ne sont généralement pas précisées.

Or la durée d'étuvage à une température donnée dépendra de la dimension des particules ; de plus, des modifications dans la teneur en eau du produit peuvent résulter d'un broyage mal réalisé. On sait, en effet, que, pour les substances hygroscopiques telles que le café, l'augmentation de surface qui résulte du concassage risque de provoquer, au cours de l'opération, pour les échantillons humides, des pertes d'eau d'autant plus importantes que l'échauffement du produit sera plus grand ; au contraire, pour les échantillons très secs, dont la teneur en eau correspond à une humidité relative très inférieure à celle de l'atmosphère du laboratoire, une reprise d'eau risque d'être observée dans les mêmes conditions.

3. — Pendant l'étuvage à une température voisine de 100° C ou supérieure, on risque l'oxydation de certains constituants par action de l'oxygène de l'air, et surtout des pertes de matières organiques volatiles, pertes d'autant plus importantes que la température sera plus élevée.

De plus, en raison de l'affinité du café pour l'eau, et compte tenu que la pression de vapeur d'eau de l'air qui passe dans l'étuve n'est pas négligeable et varie suivant les conditions atmosphériques, il subsiste toujours, dans le produit vers 100° C, une certaine quantité d'eau résiduelle, dont l'importance est fonction des conditions atmosphériques. Les résultats obtenus par les méthodes à l'étuve seront donc une résultante de phénomènes complexes d'importance variable : d'une part, suivant l'état hygrométrique de l'atmosphère, d'autre

part, suivant l'origine et la qualité de l'échantillon de café.

4. — Dans la méthode d'entraînement de l'eau par les solvants, ainsi que l'a précisée MOSSEL (13), la dimension des particules a une grande importance pour la diffusion de la vapeur d'eau et il est également nécessaire de ne pas avoir des températures trop élevées (inférieures à 90-95° C) pour éviter des erreurs dues à la décomposition des produits. L'opération peut être d'assez longue durée, si l'on veut aboutir à l'élimination maximale de l'eau de l'échantillon : en outre, il convient d'appliquer un facteur correctif, dû à l'existence d'une certaine tension de vapeur d'eau résiduelle dans l'appareil.

5. — Les résultats de la méthode de FISCHER dépendent étroitement de la dimension des particules de la prise d'essai. Il est nécessaire, même avec des produits finement pulvérisés, de prolonger le contact avec le réactif pendant un temps relativement important pour être sûr que toute l'eau a pu diffuser et être titrée.

Les observations précédentes montrent la nécessité de bien préciser les modalités des différentes méthodes pour qu'elles puissent aboutir à des résultats reproductibles sur un même échantillon.

En outre, pour que les résultats des diverses méthodes soient concordants entre eux, il convient :

— tout d'abord d'en dégager une, au besoin longue et compliquée, mais dont le principe correspond le mieux possible à la définition que l'on peut donner de la teneur en eau d'un produit, et qui soit pratiquement exempte des différentes causes d'erreurs soulignées ;

— ensuite de déterminer les conditions opératoires des autres méthodes pour qu'elles fournissent des valeurs concordantes avec celles de la première.

C'est cette solution que nous avons adoptée depuis un certain nombre d'années dans le cas des céréales.

Nous avons pu définir une **méthode dite de référence fondamentale**, qui est actuellement adoptée sur le plan international par l'Association Internationale des Chimistes de Céréales (I. C. C.) et qui a été retenue lors de la dernière session du sous-comité « Céréales » de l'Office International de Standardisation (I. S. O.).

Une **méthode dite de référence pratique** a été également établie pour le contrôle courant et le règlement des litiges commerciaux. Enfin les **méthodes rapides pour déterminer la teneur en eau des grains**, au niveau des organismes stockeurs ou des moulins, ont été étalonnées et la validité de leurs résultats a été vérifiée grâce à la méthode de référence fondamentale ou pratique.

Il nous paraît possible d'appliquer de tels principes au cas du café vert.

Méthode de référence fondamentale proposée pour le café vert

Dès 1949, nous avons proposé, pour la teneur en eau d'un produit biologique, la définition suivante :

C'est la quantité d'eau perdue par un produit lorsqu'on l'amène en équilibre vrai avec une tension de vapeur d'eau pratiquement nulle ; ceci, dans des conditions telles que les réactions parasites perturbatrices éventuelles soient évitées. Nous basant sur cette définition, nous avons repris, comme méthode de référence fondamentale, la micro-méthode proposée, dès 1901, par PREGL et nous l'avons adaptée pour les produits dans lesquels les substances volatiles, autres que l'eau, sont pondéralement négligeables.

Elle consiste à mettre en équilibre le produit, broyé sans modification de sa teneur en eau, avec une atmosphère anhydre, à une température optimum, sous une pression de 10 à 20 mm de mercure. La constance de la masse indique l'état d'équilibre, et la perte de masse, la teneur en eau du produit.

L'optimum de température est expérimentalement fixé pour activer le plus possible la diffusion de l'eau, tout en évitant les pertes de matières organiques ; le vide partiel permet également d'accélérer le départ de l'eau tout en limitant les risques d'oxydation ; l'anhydride phosphorique a été choisi pour obtenir l'atmosphère anhydre, en raison de sa faible tension de vapeur, voisine de 10^{-5} mm de mercure.

Nous avons tenté de transposer au café vert les conditions opératoires précédemment définies pour le blé (14).

BROYAGE DE L'ÉCHANTILLON

Nos essais ont confirmé que les différents appareils actuellement existants (petits broyeurs de laboratoire pour les grains, moulins à café électriques ou à main) ne conviennent généralement pas pour le broyage du café vert dont la texture est dure et élastique. Les risques de pertes d'eau au cours de cette opération deviennent particulièrement importants pour les échantillons de teneur en eau supérieure à 10-11 p. 100. Par contre, le broyeur à billes d'acier de DANGOUMAU s'est montré particulièrement bien adapté pour effectuer la pulvérisation, de façon relativement étanche et en évitant une élévation importante de la température.

C'est ainsi que sur un échantillon de café Robusta à 11 p. 100 d'eau, plus de 90 p. 100 de la poudre obtenue traverse les mailles d'un tamis de 1 mm, avec 70 p. 100 de dimensions comprises entre 0,8 et 0,5 mm et 20 p. 100 de dimensions inférieures à 0,5 mm.

Une durée de pulvérisation légèrement supérieure est nécessaire pour les produits un peu plus humides et, dans ce cas, il est du reste préférable de procéder à un préséchage quantitatif de la prise d'essai avant de la broyer.

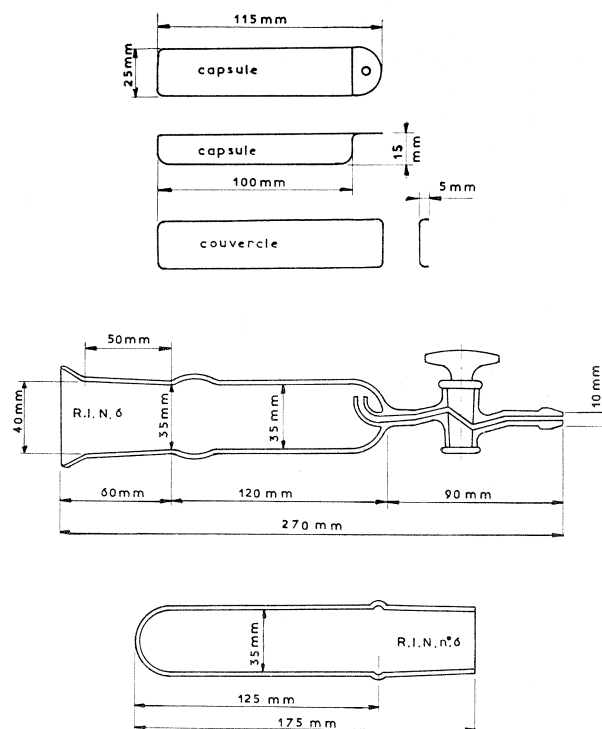
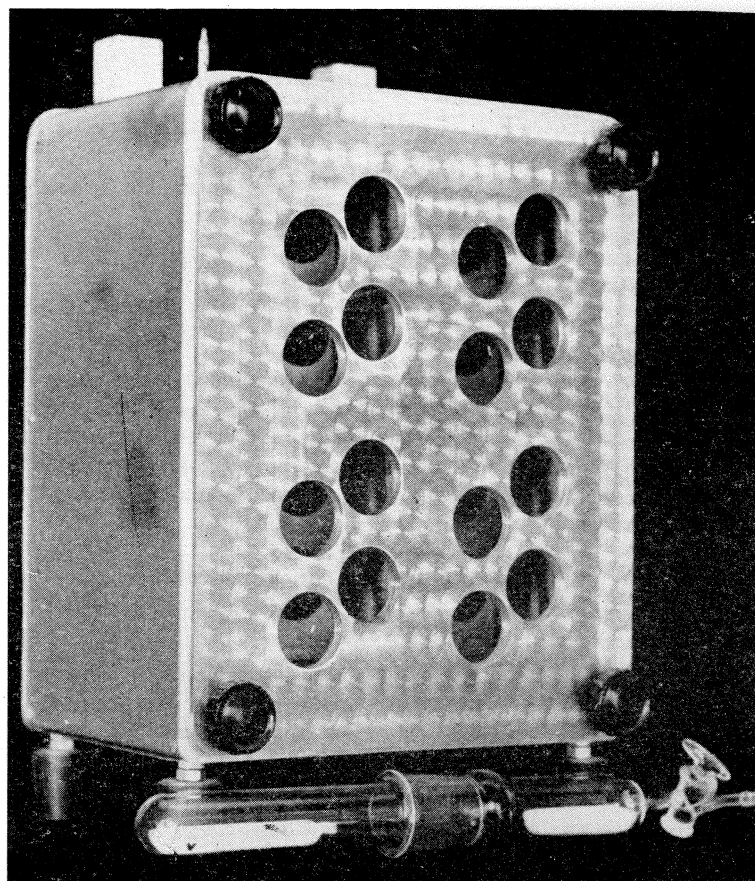


Fig. 1. — Etuve isotherme à chauffage électrique et tube à dessiccation contenant le vase à prélèvement et la nacelle à $P_2 O_5$

CONDITIONS DE DÉSHYDRATATION

A la température de 50° C, sous une pression de 15 à 20 mm de mercure, l'anhydride phosphorique ne se colore que très faiblement en surface, au début de la dessiccation, dans le cas du café vert broyé.

D'après nos précédents travaux, nous sommes en droit d'estimer que les pertes de matières organiques qui se manifestent ainsi n'ont qu'une influence négligeable sur la valeur de la teneur en eau obtenue dans ces conditions de séchage.

La constance de masse est obtenue après une durée de déshydratation de l'ordre de 150 h. La reproductibilité est de l'ordre de $\pm 0,02$ à $0,03$.

Le mode opératoire de la méthode de référence proposée a fait l'objet dernièrement d'une description détaillée (15) ; la fig. 1 représente l'étuve isotherme permettant de porter à 50° C la prise d'échantillon contenue dans le vase métallique placé dans le tube à dessiccation.

Dans l'absolu, il n'existe aucun critère permettant d'affirmer que l'on a extrait toute l'eau, cependant les essais effectués fournissent de très fortes présomptions en faveur d'un état de dessiccation aussi complet que les méthodes d'investigations actuelles peuvent le vérifier.

En outre, un excellent critère de sécurité est fourni, quand cela est réalisable, pour la concordance entre les résultats obtenus avec deux méthodes de base ayant des principes complètement différents.

COMPARAISON AVEC LA MÉTHODE DE FISCHER

Aussi avons-nous entrepris l'examen de la méthode de FISCHER qui correspond également à la définition de la teneur en eau précédemment énoncée.

Les premiers essais dans ce sens sont très encourageants.

La méthode de FISCHER, assez hautement spécifique, a le défaut, à notre avis, de mettre en œuvre un réactif très instable et ne demandant qu'à réagir avec l'humidité de l'air. Cependant, actuellement, avec un appareil de titration automatique tel que celui mis au point par BOLLING (16), cette méthode a acquis, dans des mains expérimentées, un degré de sécurité qu'elle ne possédait pas autrement.

En opérant sur des cafés très finement pulvérisés au broyeur DANGOUMAU, on obtient, par titration directe, avec un contact de 2 h entre la poudre et le réactif, des résultats en bonne concordance avec ceux de la méthode proposée comme base de référence ; les écarts étant inférieurs à 0,10-0,15 p. 100 en valeur absolue.

Méthodes de référence pratique

Nous avons examiné les méthodes d'étuvage classique et, pour aboutir à une méthode de référence pratique, nous avons tenté d'adapter leurs conditions opératoires en vue d'obtenir des résultats concordants avec ceux de la méthode de référence fondamentale que nous proposons.

DESSICCATION A 100 — 105° C

Les premiers résultats sur le café vert pulvérisé au broyeur DANGOUMAU indiquent que la méthode d'étuvage à 100-105° C, jusqu'à poids sensiblement constant (10-15 h), fournit, par rapport à celles de la méthode de référence, des valeurs :

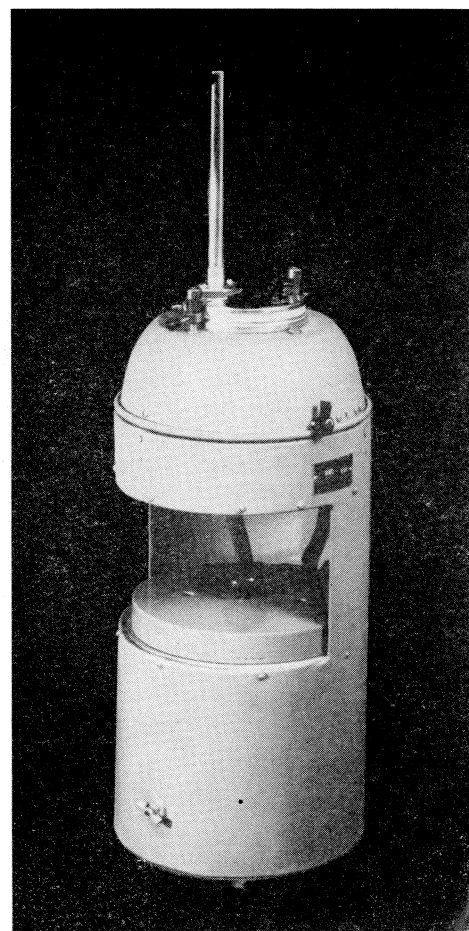
— de 0,2 à 0,25 p. 100 inférieures, si l'air traversant l'étuve a une tension de vapeur d'eau saturante vers 20° C ;

— de 0,10 à 0,15 p. 100 inférieures si l'humidité relative de l'air entrant dans l'étuve est de 40 à 60 p. 100 à 20° C ;

— de 0,05 à 0,10 p. 100 inférieures lorsque l'humidité relative de l'air est voisine de 25 p. 100 à 20° C, ce qui correspond à une pression de vapeur d'eau saturante à 0° C.

On voit donc ainsi qu'avec l'étuve hygroétalon CHOPIN (fig. 2), qui fonctionne justement avec un air dont la pression de vapeur d'eau est amenée à saturation à 0° C, par refroidissement dans la glace fondante, la concordance avec la méthode de référence sera très satisfaisante.

Fig. 2. — Etuve hygroétalon CHOPIN



DESSICCATION A 130° C

Les essais effectués à 130° C sur le café vert broyé montrent que la concordance avec la méthode de référence est très délicate à obtenir. Le café subit à cette température une décomposition non négligeable et de faibles différences dans la durée d'étuvage risquent de se traduire par des écarts dans les résultats déjà importants ; un tel mode opératoire paraît difficilement recommandable.

Par contre, les essais actuellement effectués à l'Institut Français du Café et du Cacao indiquent que, par compensation des causes d'erreurs, le **séchage à 130° C du café vert en grains** peut constituer une technique simple de contrôle de la teneur en eau au stade du conditionnement et des transactions commerciales.

95 p. 100 des résultats se situent à $\pm 0,4-0,5$ p. 100 de ceux de la méthode de référence ; en faisant la moyenne de plusieurs résultats, on se trouve généralement à $\pm 0,3$ p. 100 de la valeur réelle.

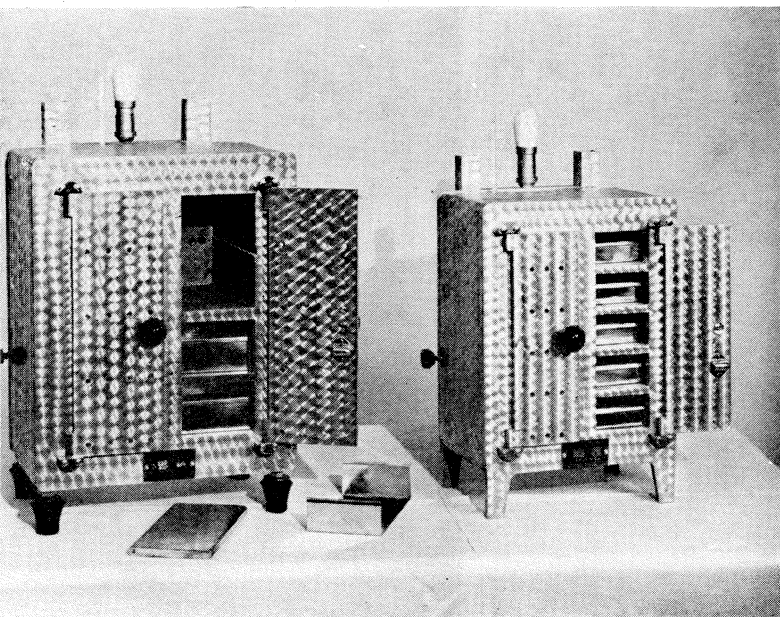
Cependant, dans ces conditions, la durée de séchage est sensiblement différente selon l'hydratation des cafés ; elle serait :

- de 5 h, jusqu'à 11 p. 100 ;
- de 7 h, de 11 à 15 p. 100 ;
- de 8 h, de 15 à 17 p. 100 ;
- de 9 h, au-dessus de 17 p. 100.

On peut donc envisager :

- soit de procéder à un premier séchage de 5 h, suivi éventuellement d'un second de durée variable selon le premier résultat trouvé ;
- soit d'utiliser une abaque indiquant, en fonction de la perte de poids pendant un certain temps de séchage, la teneur en eau du produit.

Fig. 3. — Etuves multicellulaires isothermes CHOPIN le modèle de droite est le plus employé pour les déterminations d'humidité



CARACTÉRISTIQUES DES ÉTUVES

De toutes façons, il convient de bien fixer les caractéristiques des étuves, spécialement :

— leur géographie thermique et leur efficacité représentée empiriquement par la perte de poids, en fonction du temps, de prises d'essais placées dans les différents emplacements de l'étuve.

Dans le cas de l'étuve multicellulaire CHOPIN (fig. 3), classique en France, l'examen de cette géographie thermique indique que les différents points de l'étuve sont en moyenne à $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ de la température indiquée par le thermomètre ; les écarts maximum ne dépassant pas $\pm 1^{\circ}\text{C}$ (tableau I).

D'autre part, l'observation des pertes de poids en fonction du temps dans les différents points de l'étuve montre une très bonne homogénéité dans la déshydratation ; le séchage des prises d'essais étant seulement un peu plus rapide à l'avant de l'étuve qu'à l'arrière (tableau 2).

Ces résultats sont particulièrement satisfaisants, d'autant que le volant thermique de l'étuve est tel que la température n'est pas sensiblement modifiée pendant son chargement. Il conviendrait de tester de la même façon les principaux types d'étuve existant actuellement dans les différents pays.

Appareils de dosage rapide

La méthode de référence proposée a permis d'envisager l'étalonnage correct des appareils doseurs d'eau rapides, appareils opérant sur grains entiers et fournissant des résultats dans des temps allant de 1 à 15 mn.

Différents appareils basés sur la mesure des caractéristiques électriques ont été proposés (5-10-16).

A l'heure actuelle, en France, seul l'HYB. 21, dont le principe est basé sur la relation existant entre la teneur en eau du café et sa constante diélectrique en haute fréquence, a fourni des résultats prometteurs.

C'est un appareil enregistreur, semi automatique, pouvant fonctionner sur accus, opérant en 1 à 2 minutes, sur une prise d'essai de plusieurs centaines de grammes, sans destruction du produit.

L'équipe de l'Institut Français du Café et du Cacao a obtenu, sur des cafés Arabica et Robusta de différentes origines, une reproductibilité des mesures de $\pm 0,10$ à $0,15$ p. 100 et un écart de la moyenne des résultats par rapport à ceux de la méthode de référence, dépassant rarement $\pm 0,3$ p. 100.

Signalons, en passant, que l'étalonnage ne peut être effectué correctement avec des grains réhumidifiés et qu'il convient d'opérer avec des cafés à leur humidité naturelle.

TABLEAU 1

Géographie thermique de l'étuve multicellulaire Chopin

Températures mesurées dans l'air, au centre des cellules, dans deux étuves réglées respectivement à 129 et 132°C.

ETUVE 1 thermomètre = 129		ETUVE 2 thermomètre = 132	
127,5	127,3	131,5	131
129,5	128,5	132	131
129	128,5	131,7	132
129,5	129	132	131,5
129,7	129,5	133	132

TABLEAU 2

Pertes de poids, en fonction du temps, de différentes prises d'essais placées simultanément à l'avant et à l'arrière des cellules de la partie gauche d'une étuve multicellulaire.

Position des échantillons	Temps en minutes			
	30	60	90	120
Arrière				
Avant.	14,04	14,62	14,72	14,68
Arrière	13,17	14,50	14,64	14,65
Avant.	14,05	14,64	14,73	14,68
Arrière	13,73	14,47	14,66	14,67
Avant.	13,60	14,56	14,68	14,68
Arrière	13,97	14,57	14,68	14,67
Avant.	13,58	14,56	14,65	14,67
Arrière	13,81	14,61	14,67	14,67
Avant.	14,28	14,66	14,73	14,71

DOSAGE DE L'EAU DANS LE CAFÉ TORRÉFIÉ

Le problème du café torréfié est sensiblement différent de celui du café vert. Son broyage ne pose pas de problème délicat ; par contre, en raison de la présence des produits organiques volatils formés en cours de torréfaction et constituant justement l'arôme du café, il ne semble pas que la méthode de référence proposée pour le café vert puisse ici être appliquée.

Les essais effectués montrent que même à 0° C, sous une pression de 10 à 20 mm de mercure, certains produits organiques sont volatilisés en quantité apparemment variable selon les conditions de torréfaction et l'origine du café.

De toutes façons, il convient de remarquer que cette

quantité de produits volatils est bien définie pour un café torréfié donné ; l'étuvage à 50° C sous vide en présence d'anhydride phosphorique permettant d'obtenir une masse constante.

Par ailleurs, les premiers résultats obtenus avec la méthode de FISCHER sont encourageants. Les écarts qu'ils présentent, par rapport aux valeurs fournies par l'étuvage à 50° C sous vide en présence de P₂O₅, semblent indiquer que l'importance de l'erreur introduite par la volatilisation de substances organiques est plus apparente que réelle.

En tout cas, on peut espérer que la méthode de FISCHER pourra servir de base de référence pour mettre sur pied d'autres méthodes plus pratiques.

CONCLUSIONS

En conclusion, cet exposé a eu surtout pour objet :

- de poser le problème du dosage de l'eau dans le café vert et le café torréfié ;
- d'indiquer une marche à suivre pour rechercher une solution cohérente, aussi bien au niveau de l'analyste, de l'expert que du laboratoire de contrôle et des transactions commerciales ;
- de proposer, au moins pour le café vert, des

méthodes susceptibles de répondre aux exigences correspondant aux différents cas ;

- de dégager une orientation pour les recherches à poursuivre sur le café torréfié.

Nous souhaitons que ces éléments puissent servir, au sein d'une commission spécialisée, à mettre sur pied, sur le plan international, des méthodes de référence fondamentales et des méthodes pratiques, outils indispensables pour éviter les litiges, faciliter les transactions et permettre aux analystes de parler le même langage.

BIBLIOGRAPHIE

1. ESTEVES (A. BAIÃO). — Avaliação do teor em humidade de café cru comercial. *Revista do café Português*, 1960, **7**, (27), 33-74.
2. NAVELLIER (P.). — Chimie du café ; in « Les caféiers et les cafés dans le monde » de COSTE R., ed. LAROSE, Paris, **19**, 173-178 et 226.
3. MINISTÈRE DE LA FRANCE D'OUTRE-MER. — Conditionnement des cafés. *J. O. Rep. Franc.*, 5.607.07. Décret n° 48.1075, 2 juillet, Paris, 1948.
4. PIELLARD (M.). — Le conditionnement des cafés à l'exportation des territoires d'outre-mer. *Etudes Out.-Mer*, 1958, **1**, 27-47.
5. FLORES (A. MORALES). — La clasificación mundial del café. Fedecame, San Salvador, 1958, n° 64.
6. INSTITUTO NACIONAL DE RACIONALIZACIÓN del TRABAJO. — Norma Uno 34.010. Madrid, 1956.
7. NEGARIT GAZETA. — General Notice n° 245, Addis Abeba, 1959, n° 5, 29 janv., 19-24.
8. PUNNETT (P. W.). — Moisture content of green coffee. *Tea and Coffee Trade Jal.*, 1961, octobre, 14.
9. PUNNETT (P. W.). — Measuring Coffee's moisture content. *Tea and Coffee trade Jal*, 1961, décembre, 16.
10. BOYCE (D. S.). — The determination of moisture in parchment coffee and green coffee beans with a dielectric type moisture meter. *Journal of Agriculture of the Univ. of Puerto Rico*, 1960, XLIV, **4**, 176-193.
11. MITCHELL (I.), SMITH (D. M.). — Aquametry. Application to the Karl FISCHER reagent to quantitative analyses involving water. Interscience publishers, Inc., New York, 1948.
12. KLEINERT (I.). — Die Karl FISCHER Wasserbestimmung in der Lebensmittelindustrie. *Revue intern. de la chocol.* (Zurich), 1956, 12, 1957, n° 1.
13. MOSSEL (D. A. A.). — Water bonding and water determination in foods. Thèse, Utrecht, 1949.
14. C. N. E. R. N. A. — Les méthodes analytiques des céréales. *Les cahiers techniques du C. N. E. R. N. A.* — C. N. R. S., Paris, 1958, 171-186.
15. GUILBOT (A.). — La détermination de la teneur en eau du café vert. Examen critique des méthodes existantes ; proposition d'une méthode de référence fondamentale. *Café Cacao Thé*, 1963, VII, n° 1, 49-56.
16. BOLLING (H.), SEIBEL (Dr.). — Dosage automatique de l'eau à l'aide de la solution KARI-FISCHER. *Getreide und Mehl*, 1959, n° 6, 67.
17. ANONYME. — Moisture measurement by RF Power absorption. *Coffee and Tea industries*, 1961, **84**, 11-21.

DISCUSSION

M. R. F. SMITH : Ne pourrait-on réduire le temps de séchage à une durée inférieure à 160 h en faisant passer un courant d'air ?

— M. A. GUILBOT : il ne semble pas que cela réduirait sensiblement le temps de séchage et il y aurait de plus un risque d'oxydation.

M. A. ESTEVES : Je me permets de féliciter M. GUILBOT pour son excellent travail. Je suis tout à fait d'accord sur la nécessité d'une méthode de référence ; celle de M. GUILBOT a fait ses preuves ; je l'ai essayé dans mon laboratoire pour le blé et ai obtenu des résultats semblables.

Il y a un problème pratique lié à la question qui vient d'être traitée, c'est celui de l'échantillonnage préalable et de l'importance des échantillons par rapport au lot. Il est délicat de déterminer l'humidité sur de petits échantillons ; j'ai fait l'expérience dans une étuve normale à 105°C, non pas dans un temps défini, mais en attendant un poids constant, en ayant effectué un séchage préalable des grains de café ; les résultats furent bons.

Avec la méthode de M. GUILBOT, il faut presque 1 kg de café pour faire les mesures, or l'échantillon standard est de 300 g. Certains travaillent sur 12 g de café, mais ceci exige des techniques de sous-échantillonnage très précises.

Un autre point est celui de l'emballage des échantillons ; ceux-ci arrivent généralement en sacs au laboratoire, si bien que leur teneur en humidité peut être très différente de celle de l'ensemble du lot sur lequel ils ont été prélevés. Il faudrait modifier l'emballage.

M. L. TELEGDY-KOVATS : Je travaille depuis quarante ans sur ces problèmes. On considérait autrefois la détermination de la teneur en eau comme une chose facile ; maintenant, c'est le problème le plus délicat et l'on propose continuellement de nouvelles méthodes. Quelle est la bonne ? Celle exposée par M. GUILBOT est intéressante, mais nécessite un équipement spécial. Quel est son avantage réel sur les autres méthodes ? Je pense qu'une coopération internationale serait souhaitable pour essayer de comparer les anciennes et les nouvelles méthodes de détermination de la teneur en eau des cafés.

— M. GUILBOT : Je répondrai en même temps à MM. ESTEVES et TELEGDY-KOVATS.

Je suis tout à fait d'accord avec M. ESTEVES ; le premier pas se situe au niveau de l'échantillonnage : lorsque le produit est dans un sac de toile, le résultat de la mesure est assez illusoire pour l'ensemble du lot. M. ESTEVES a éga-

lement raison d'insister sur la nécessité de déterminer la teneur en eau sur une assez grande quantité de café. 1 kg est peut-être une quantité importante, mais la méthode proposée ne détruit pas l'échantillon et ce dernier pourrait être restitué.

M. TELEGDY-KOVATS a raison ; il faut maintenant comparer les méthodes et établir un circuit d'échantillons entre les pays désireux de participer à cette confrontation. Si les résultats concordent, le problème sera résolu ; s'ils sont un peu différents, il sera peut-être possible de se mettre d'accord et ce sera un pas en avant dans la recherche de la standardisation.

Le Président (M. V. JANS) : Une méthode de référence doit être adoptée, ne serait-ce que comme méthode étalon ; elle pourra être modifiée ultérieurement.

Le problème du prélèvement des échantillons est très important. L'IFCC aura un rôle à jouer dans ce sens. Le facteur temps est aussi très important ; il faut que l'échantillon arrive au laboratoire dans un temps raisonnable et qu'il soit stocké dans de bonnes conditions pour que son humidité ne soit pas modifiée. Le but de l'exposé de M. GUILBOT était de présenter un échantillon sur lequel on peut compter ; un échantillon de 1 kg est dans ce cas souhaitable.

Je remercie M. GUILBOT d'avoir su se limiter sur un sujet qu'il connaît si bien et l'on tirera grand profit de sa brillante synthèse.

GUILBOT (A.). — **Détermination de la teneur en eau des cafés : méthode de référence et méthodes pratiques.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 192-200, fig., réf.

On sait tout l'intérêt que présente la détermination de la teneur en eau des cafés, tant du point de vue analytique proprement dit qu'en ce qui concerne sa conservation, ses transformations technologiques et les transactions commerciales dont il est l'objet. Après un examen critique des méthodes utilisées jusqu'à présent, une méthode de référence est proposée pour le dosage de l'eau dans le café vert, basée directement sur la définition suivante de la teneur en eau d'un produit : « quantité d'eau perdue par un produit lorsqu'on l'amène en équilibre vrai avec une tension de vapeur d'eau pratiquement nulle, dans des conditions telles que les réactions parasites perturbatrices éventuelles soient évitées ».

Elle consiste à sécher jusqu'à masse constante en présence d'anhydride phosphorique, entre 45 et 50° C, sous une pression de 10 à 20 mm de mercure, le café broyé sans modification de sa teneur en eau.

On a pu, en outre, déterminer les conditions opératoires de méthodes pratiques (étuvage à 105° et 130° C) pour qu'elles fournissent des résultats reproductibles et concordant avec ceux de la méthode de référence.

Ces conditions sont précisées, ainsi que les caractéristiques (géographie thermique et débit d'air) à exiger des étuves, et les possibilités d'étalonnage d'appareils de mesures rapides commercialement utilisables.

Le problème du dosage de l'eau dans le café torréfié est également évoqué.

GUILBOT (A.). — **Determination of the water content of coffee : control method and practical methods.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leur dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 192-200, fig., réf.

Determination of the water content of coffee is of the greatest interest from a strictly analytical point of view as well as from the point of view of the coffee conservation, technological transformations and commercial transactions.

After a critical review of the methods applied up to now, a control method for the determination of the water content of green coffee is suggested, which is based directly on the following definition of the water content of a product : « the quantity of water lost by a product when it is placed in true equilibri-

GUILBOT (A.). — **Bestimmung des Wassergehaltes beim Kaffee : Bezugsmethode und praktische Methoden.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 192-200, fig.

Von grosser Bedeutung ist die Bestimmung des Wassergehaltes im Kaffee, sowohl als analytischer Wert, als auch hinsichtlich der Haltbarkeit und den technologischen Umwandlungen des Kaffees sowie der Handelsbeziehungen. Nach einer kritischen Durchsicht der bisher verwendeten Methoden wird eine Bezugsmethode vorgeschlagen, bei der sich die Bestimmung des Wassergehaltes eines grünen Kaffees unmittelbar auf die folgende Definition des Wassergehaltes eines Produktes ruht : « die von einem Produkt abgegebene Wassermenge, wenn dieses bis zu einem wirklichen Gleichgewicht mit einer

GUILBOT (A.). — **Determinación cuantitativa del agua de los cafés : método de referencia y métodos prácticos.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963 p. 192-200, fig., réf.

Es sabido todo el interés que presenta la determinación cuantitativa del agua de los cafés, tanto desde el punto de vista analítico propiamente dicho como por lo que se refiere a su conservación, transformaciones tecnológicas y transacciones comerciales de que es objeto. Después de un examen crítico de los métodos utilizados hasta el presente, se propone un método de referencia para el análisis cuantitativo del agua en el café verde, basado directamente en la definición siguiente del contenido de agua de un producto : « cantidad de agua perdida por un producto cuando se lo pone en equilibrio verdadero con

brum with a water vapour pressure of almost zero, under conditions such as to avoid any possible interfering reactions ».

It consists in drying to constant weight in the presence of a phosphoric anhydride, between 45° to 50° C, at a pressure of 10 to 20 mm Hg, a coffee which had been ground without modifying its water content.

Moreover, it has been possible to determine the working conditions of the practical methods (drying at 105° C and 130° C) so that they will give results liable to be reproduced and in agreement with those of the control method.

These conditions are specified as well as the required characteristics of the oven (thermic geography and air flow) and the possibility of standardizing serviceable commercial quick-measuring instruments.

Determination of the water content of roasted coffee is also investigated.

praktisch Null betragenden Dampfspannung gebracht wird, unter solchen Bedingungen dass evtl. Nebenstörungen vermieden werden ».

Die Methode besteht darin, in Anwesenheit eines Phosphoranhydrids den ohne Veränderung seines Wassergehaltes gemahlten Kaffee zwischen 45 und 50° C unter einem Druck von 10 bis 20 mm Quecksilber bis zu unveränderlichem Gewicht auszutrocknen.

Weiterhin hat man die Arbeitsweise der praktischen Methoden (Trocknen bei 105 und 130° C) so festlegen können, dass wiederholbare Ergebnisse erhalten werden, welche mit denjenigen der Bezugsmethode übereinstimmen.

Diese Arbeitsweisen sowie die Kennwerte für die Trockenschranke (Wärmefeld und Luftmenge) und die Möglichkeiten einer Eichung von Schnellmessgeräten für die Bedürfnisse des Handels werden angegeben.

Die Frage der Wasserbestimmung im gerösteten Kaffee ist gleichfalls erwähnt worden.

una tensión de vapor de agua prácticamente nula, en condiciones tales que las reacciones parásitas perturbadoras eventuales queden evitadas ».

Consiste en secar hasta masa constante en presencia de anhídrido fosfórico, entre 45 y 50° C, bajo una presión de 10 a 20 mm de mercurio, el café triturado sin modificación de su contenido de agua.

Por otra parte, se han podido determinar las condiciones operatorias de métodos prácticos (tratamiento en estufa a 105° y 130° C) para que proporcionen resultados reproducibles y que concuerden con los del método de referencia.

Se precisan estas condiciones, así como las características (geografía térmica y caudal de aire) que se requieren de las estufas, y las posibilidades de contraste de aparatos rápidos de medida comercialmente utilizables.

El problema de la determinación cuantitativa del agua en el café tostado queda asimismo evocado.



LA CHIMIE DU CAFÉ TORRÉFIÉ ET DE LA BOISSON DANS SES RAPPORTS AVEC LES BESOINS DE LA PROFESSION*

E. E. LOCKHART, Ph. D.

Scientific Director

The Coffee Brewing Institute, Inc., New York

L'industrie du café a deux objectifs : tout d'abord vendre du café, ensuite en vendre jusqu'à saturation du marché potentiel. Il y a beaucoup de gens et de pays qui sont intéressés par cette activité. Chacun peut être associé à une fonction différente dans la longue série d'opérations qui se succèdent depuis la production des fruits jusqu'à la boisson que les consommateurs absorbent. Néanmoins, chacun, en dernière analyse, joue un rôle aussi important que les autres dans le succès final. Le consommateur n'a aucun moyen pour savoir, et cela peut même lui être égal, pourquoi le produit a bon ou mauvais goût et pourquoi son arôme est bon ou mauvais. Il réagira cependant en recherchant le bon et en évitant le mauvais café. Sa réaction est un reflet, un jugement combiné des variétés, de la génétique, du climat, de la géographie, des pratiques culturales, de la transformation, de l'emballage, de la préparation de la boisson et de bien d'autres facteurs (tableau I), dont l'industrie du café toute entière doit accepter la complète responsabilité.

Il est évident qu'une quantité importante de café est vendue actuellement. Le marché mondial a absorbé environ 44 millions de sacs de café vert en 1961 (1) ; les Etats-Unis en ont utilisé 22 millions. Le tableau II donne les importations dans le monde. Sans doute peut-on dire que le premier objectif a été atteint : trois millions de tonnes métriques environ représentent une grande quantité pour un produit agricole quelle que soit la base de comparaison.

Si le premier objectif a été atteint, il n'en est pas de même du second. Le potentiel des ventes de café dans le monde est presque inimaginable. Les résultats d'une enquête (2) faite parmi les consommateurs aux Etats-Unis montrent que le nombre moyen de tasses bues par jour, par des personnes de 10 ans et plus, a été, en 1961,

de 3,12. Des données supplémentaires non publiées indiquent qu'une tasse de boisson est préparée avec une quantité de café équivalente à 7,3 g, soit 62 tasses par livre. Cela signifie de façon plus explicite que la boisson est préparée selon un rapport café-eau d'une livre pour trois gallons d'eau. Le Coffee Brewing Institute, appuyé par l'industrie du café, recommande l'utilisation de $2 \frac{1}{2}$ gallons d'eau par livre de café au maximum. Ce rapport, associé à des procédés de préparation de la boisson aussi recommandés par l'Institut, donne une boisson ayant une meilleure saveur ainsi qu'un meilleur arôme, un meilleur goût, plus de corps et une plus belle couleur. Une meilleure saveur peut avoir pour conséquence une plus grande consommation, peut-être une tasse supplémentaire par jour.

L'accroissement de consommation du café qu'entraînerait le changement de la formule de préparation serait de 20 p. 100. Cet accroissement associé à l'augmentation du nombre de tasses consommées serait de 33 p. 100. Au total, l'accroissement de la demande de café serait de 60 p. 100. Pour faire face à cette demande, les Etats-Unis devraient importer 13 millions de sacs de café vert supplémentaires. Le C. B. I. croit que c'est un objectif qui peut très bien être atteint.

Cet état de choses n'est valable que pour les Etats-Unis, où la connaissance du café a été développée à un degré plus élevé qu'ailleurs. Des indications sur la place occupée par le café dans les autres pays montrent (tableau III) que tandis que plusieurs pays, notamment la Suède, le Danemark, la Finlande et la Norvège, consomment plus de café par tête d'habitant que les Etats-Unis, la plupart, ainsi que les pays producteurs de café, ont des niveaux de consommation beaucoup plus bas.

1 lb = 454 g

1 gallon (U. S.) = 3,78 l

* Texte original en anglais.

TABLEAU I

Facteurs ayant un rapport avec les caractéristiques du goût du café-boisson.

- 1) Type — Composition chimique des cafés verts.
- 2) Grosseur des grains de café vert.
- 3) Densité apparente des grains de café vert.
- 4) Mélange des cafés verts.
- 5) Technique de la torréfaction.
- 6) Degré de torréfaction.
- 7) Grosseur des grains de café torréfié.
- 8) Densité apparente des grains de café torréfié.
- 9) Composition chimique des grains de café torréfié.
- 10) Couleur des grains de café torréfié.
- 11) Distribution par taille des particules de café moulu.
- 12) Type d'appareils employés pour la préparation de la boisson.
- 13) Composition de l'eau.
- 14) Température de l'eau.
- 15) Volume de l'eau.
- 16) Poids du café.
- 17) Degré de contact entre l'eau et le café.
- 18) Mouillabilité.
- 19) Temps de contact.
- 20) Séparation de la boisson du marc.
- 21) Quantité de solides non volatils dans la boisson.
- 22) Composition des solides non volatils de la boisson.
- 23) Quantité de composés volatils.
- 24) Composition des composés volatils.
- 25) Volatilité relative des composés aromatiques.
- 26) Clarté de la boisson — Absence de sédiment.
- 27) Durée de la période de conservation avant la consommation de la boisson.
- 28) Température pendant la période de conservation.
- 29) Changement de la composition de la boisson pendant la conservation.

TABLEAU III

Importations de café vert par tête d'habitant (a)

Pays	Livres
Suède	22,9
Danemark	20,8
Finlande	17,4
Norvège	16,6
Etats-Unis	15,9
Belgique-Luxembourg	14,4
Pays-Bas	13,2
Suisse	13,2
France	9,7
Canada	8,8
Allemagne fédérale	8,3
Ensemble de l'Europe	3,6

(a) Pan-American Coffee Bureau, Annual Coffee Statistics, 1961, New-York.

TABLEAU II

Importations mondiales de café en 1961

Pays de destination	Sacs (a)	Pourcentage du total
Etats-Unis	22.464	50,9
Canada	1.119	2,5
Autres pays américains ..	737	1,7
Allemagne Fédérale	3.540	8,0
France	3.454	7,8
Italie	1.753	4,0
Pays-Bas	1.147	2,6
Belgique-Luxembourg ..	1.036	2,4
Suède	1.295	2,9
Royaume-Uni	978	2,2
Danemark	727	1,7
Finlande	638	1,4
Suisse	541	1,2
Norvège	450	1,0
Espagne	423	1,0
Reste de l'Europe	880	2,0
Europe orientale	982	2,2
Afrique	1.084	2,4
Asie et Océanie	915	2,1
Importations totales ..	44.163	100,0

(a) Pan-American Coffee Bureau, Annual Coffee Statistics, 1961, p. 79, New-York.

Ce colloque n'a pas pour but de discuter les facteurs économiques et politiques qui ont une influence importante sur la consommation de café par tête d'habitant. Supposons, bien que ce soit improbable, que ces facteurs n'existent pas. Supposons aussi que les êtres humains, sans tenir compte du lieu où ils vivent, sont tous des consommateurs potentiels de café, malgré toutes les sortes de boissons traditionnelles, quelles qu'elles soient, qui puissent dominer actuellement. Le potentiel de la consommation future de café est aussi élevé que la différence entre la consommation par tête dans les pays scandinaves ou les Etats-Unis, soit environ 16 à 20 livres, et la consommation dans tout autre pays qui s'élève à probablement moins de 4 livres. En fait, la différence est grande et représente beaucoup de millions de sacs de café vert. Le second objectif, qui est la vente de tous les cafés qui peuvent être vendus, n'a certainement pas été atteint.

Chercher à atteindre ce but constitue un grand défi et demandera un effort commun de la part de tous les intéressés.

* * *

Ces brèves remarques étayées de quelques chiffres seulement ont pour but de schématiser ce qui peut être et de préparer le terrain d'une discussion sur le rôle des technologues du café, particulièrement de ceux dont les efforts sont étroitement associés au café-boisson, et son influence sur la consommation, pour atteindre ce second objectif. Il est hors de doute que leur rôle est important et vital. Eux seuls sont responsables de la

découverte et de l'utilisation d'éléments qui permettront d'offrir aux consommateurs un produit de belle présentation et aux caractéristiques les meilleures. Ils seront responsables de l'acquisition de connaissances qui pourront être utilisées avec efficacité dans la promotion des ventes et dans les programmes éducatifs, non seulement dans l'intérêt du consommateur mais aussi dans celui de l'industrie du café et des nombreuses industries qui lui sont associées. Ils seront enfin responsables de l'acquisition de renseignements qui influenceront les activités dans les pays producteurs. Cette partie de la discussion doit avoir nécessairement pour base l'expérience acquise par le Coffee Brewing Institute ces dix dernières années en relation avec l'activité de l'industrie aux Etats-Unis. Elle servira sûrement à démontrer ce qui peut être fait dans les autres pays, compte tenu des modifications à apporter en fonction des conditions spécifiques.

Au début, l'Institut a jugé nécessaire de recueillir tous les renseignements possibles sur les habitudes de consommation du café et sur sa préparation aux Etats-Unis. Ce travail préliminaire est évidemment indispensable dans tout pays où le café est la boisson principale. Plus les habitudes de consommation et de préparation du café seront connues en détail, plus l'introduction de cette boisson dans les pays où elle n'occupe qu'une petite place sera facile.

On s'est aperçu qu'en plus de 150 ans le public américain s'était fait à un breuvage préparé par extraction rapide d'un café de torréfaction moyenne moulu très fin, avec de l'eau chaude, dans différentes sortes d'appareils appelés percolateurs, cafetières à filtration (drip-pots) et cafetières à pression (vacuum pots). Certains cafés étaient infusés. Le rapport café-eau est d'une livre (454 g) de café pour 2-2 ½ gallons (7,57 à 9,46 l) d'eau. Ce rapport, dans les préparations ménagères, est d'environ 10 g pour 176 ml. Suivant la façon dont chacun des appareils est utilisé, le temps d'extraction peut être de 6 à 8 mn pour les percolateurs, 4 à 6 mn pour les cafetières à filtration et 1 à 3 mn pour les cafetières à pression. Chacun de ces appareils exige que le café soit moulu à différents degrés, mouture la plus grossière pour les percolateurs, la plus fine pour les cafetières à pression et intermédiaire pour les cafetières à filtration. Les dimensions de ces appareils sont telles que 2 à 10 tasses peuvent être préparées en une seule fois.

Dans les collectivités, hôtels, restaurants, cafeterias, hôpitaux et autres établissements ainsi que les Forces Armées, le café est préparé dans des récipients d'un volume allant de 3 à 100 gallons. Les plus petits appareils fonctionnent en principe comme des cafetières à filtration ; les plus grands comme des percolateurs. Les cafetières d'un demi gallon ont atteint aussi une certaine popularité. La plupart de ces machines pour collectivités sont actionnées manuellement, mais la conception du fonctionnement automatique s'est fermement établie peu à peu.

Bien que la structure de l'industrie ait été connue, une inspection plus approfondie a révélé un organisme plus protoplasmique que charpenté. Elle était vaguement définie, changeant selon la fantaisie et pour la commodité momentanée des besoins économiques, politiques ou concurrentiels. C'était une grande industrie qui évoluait dans les limites de la stagnation et sans but. Quelques hommes avec des idées et le désir de faire quelque chose pour rétablir cette situation affaiblie, représentant à la fois des producteurs de café vert (Pan-American Coffee Bureau) et des fabricants de produits torréfiés et moulus (National Coffee Association), organisèrent et patronnèrent le Coffee Brewing Institute, dont la tâche consistait à faire tout ce qui était possible, grâce à la recherche et à l'éducation, pour améliorer la boisson.

Le rôle des technologistes du café était clairement établi dans le monde de la recherche. Ils devaient rassembler sur le café et la boisson des renseignements qui conduiraient à l'amélioration de cette dernière. Ils devaient aussi contribuer à la traduction et à l'interprétation de la documentation sur le café et la boisson, utile pour le développement de programmes éducatifs, non seulement pour le consommateur mais aussi pour l'industrie. La documentation n'a aucune valeur si elle n'est pas utilisée. En conséquence, acquisition et vulgarisation sont des concepts supplémentaires qui gouvernent l'action des technologistes du café.

Il est peut-être important à ce stade de souligner plusieurs traits dominants du café qui serviront à orienter et à diriger des gens de formation scientifique et technique qui s'intéressent, ou pourront s'intéresser au café. En premier lieu, le café est un produit important dans le commerce mondial. C'est un produit qu'il faut préparer pour la vente, sous une forme ou sous une autre. C'est pourquoi le technologiste du café doit se rendre compte que ses efforts et ses activités doivent être dirigés et limités dans des domaines qui contribueront à vendre plus de café avec davantage de profit. En second lieu, le café n'est ni une curiosité scientifique ni un sujet pour lequel la recherche fondamentale a un sens. Actuellement, c'est un produit pratique et utile. De l'énergie humaine et des fonds doivent être utilisés pour répondre à des questions d'importance pratique. En troisième lieu, bien que de nombreux rapports sur le café sous ses formes diverses aient été publiés, les raisons pour lesquelles un café se vend plus cher ou en plus grande quantité qu'un autre ne sont pas claires du tout. Les raisons ont évidemment une base chimique, mais une connaissance exacte manque complètement. En quatrième lieu, le premier objectif du technologiste devrait être une connaissance complète de la chimie de la boisson et des effets des variations de la composition de l'eau, des détails de la préparation, du principe et du fonctionnement des appareils et d'autres facteurs aussi importants qui sont énumérés dans le tableau I sur la chimie de la boisson. En cinquième lieu, les connaissances techniques et l'expérience peuvent être acquises

bien plus vite qu'elles ne peuvent être assimilées et mises en pratique dans la promotion et le lancement du café. C'est pourquoi le technologiste doit essayer d'aider à réduire le laps de temps qui s'écoule entre l'acquisition des connaissances et leur diffusion à des fins utiles. En sixième lieu, le succès final de tout café sur le marché mondial ne dépendra pas de la publicité ou de la promotion des ventes — celles-ci sont nécessaires, mais insuffisantes —, mais de la façon dont les technologistes du café arrêtent le plan de leur programme pour améliorer la boisson.

Pratiquement, les technologistes du café dans le monde s'engagent ensemble maintenant dans une grande aventure, dans un domaine encore inconnu en grande partie. A l'heure actuelle, les connaissances et l'expérience sont peut-être à un échelon supérieur aux Etats-Unis, mais seulement un échelon par rapport à beaucoup d'autres qui restent encore à gravir. Ce qui a été fait en dix ans peut maintenant être fait en deux ans. Un départ a été pris, mais bien des choses encore restent à faire.

Le Coffee Brewing Institute est un exemple de la combinaison efficace de la technologie du café et de la promotion des ventes au profit de l'industrie et du consommateur. Les activités de l'Institut ont été décrites (3) et l'histoire de ses études technologiques successives a été esquissée en partie dans la liste des « Publications, Matériaux et Services » (4). Une de ces publications « Solides solubles et qualité de la boisson » est la pierre angulaire d'un édifice de connaissances qui vient juste de s'élever. Les faits simples sur lesquels la plus grande partie du travail de l'Institut est fondée sont : 1) le fait qu'environ 30 p. 100 du café est soluble, 2) le fait qu'une bonne boisson ne doit contenir qu'environ 75 p. 100 des solides solubles extractibles, 3) le fait que les matières solubles extraites doivent être diluées à une concentration de 1,25 p. 100, 4) le fait que tous les facteurs qui interviennent dans la préparation de la boisson doivent être combinés d'une manière telle que l'extraction soit comprise entre 18 et 22 p. 100, la teneur de la boisson en solides, entre 1,15 et 1,35 p. 100 et que le rapport eau-café soit compris entre 2-2 $\frac{1}{2}$ gallons par livre. L'Institut a obtenu l'essentiel de ces renseignements du Comité du « National Coffee Association » qui a mis en corrélation ces mesures objectives avec l'évaluation subjective des caractéristiques du goût de la boisson. L'Institut a, grâce à son travail, précisé ces approximations fondamentales par plusieurs milliers de tests de dégustation et, ce qui est plus important, a traduit en langage clair et interprété l'importante signification de ces préceptes de façon telle que, pour la première fois, un moyen utile de communication a été créé à l'intention de l'industrie du café elle-même et du consommateur.

La « communication » est un aspect si important du travail à faire qu'elle doit être soulignée. Normalement, les gens formés scientifiquement et techniquement ne communiquent qu'entre eux et alors dans un langage

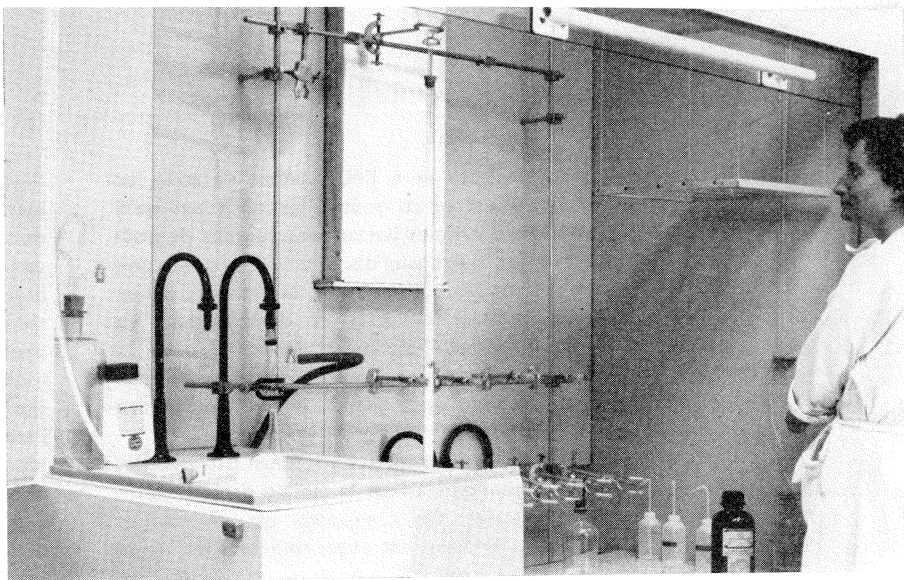
qu'eux seuls peuvent comprendre. Cela ne peut et ne doit pas être le cas entre les technologistes du café. Ils sont si peu nombreux et si éparpillés qu'ils doivent faire un effort supplémentaire pour participer à l'activité générale engendrée par ce produit. Les informations techniques devraient être retranscrites et exprimées en termes compréhensibles pour les non-techniciens, pour la direction de l'industrie, pour la vente, pour le personnel d'exécution, de contrôle et de la transformation, pour les constructeurs de machines, pour l'industrie de l'eau, pour le personnel de la publicité et des relations publiques, pour tous ceux qui peuvent s'intéresser au café. L'Institut a donc toujours été un organisme de vente, il vend des idées qui aident à vendre le café. Il a dû inventer des techniques pour vendre des idées ; il a dû apprendre à communiquer.

D'un point de vue technologique, l'Institut a appris qu'un des moyens les plus faciles pour vulgariser les connaissances est d'employer des chiffres. Personne aux Etats-Unis ne sait ce qu'est une boisson forte, mais tout le monde comprendra si cette boisson est décrite comme ayant une teneur en solides supérieure à 1,35 p. 100 et permettant à un hydromètre de flotter au-dessus d'un nombre spécifique de l'échelle. Il est maintenant possible de parler d'une extraction trop poussée (over-extraction), parce que cette expression peut être rapprochée d'un nombre représentant la limite supérieure désirable. Un sondage a montré qu'aux Etats-Unis les torréfacteurs n'avaient qu'une vague idée de la couleur de torréfaction et que les mots clair, moyen, foncé avaient relativement peu de signification. Maintenant, il est possible de décrire la couleur par un nombre, car elle est mesurée par un réflectomètre. Des noms peuvent être associés à des nombres qui ont une relation fixe avec des points de référence. La simplicité et l'objectivité des nombres rendent leur emploi dans la vulgarisation extrêmement avantageux. Afin d'obtenir des nombres utiles pour exprimer les connaissances sur les propriétés, les caractéristiques ou les qualités descriptives du café ou de la boisson, il était nécessaire de développer les méthodes analytiques. C'est certainement le rôle des technologistes du café de développer les méthodes analytiques nécessaires pour répondre aux questions qui sont soulevées ou qui peuvent être envisagées. Il n'est pas difficile d'élaborer un procédé qui donnera une réponse, mais ce n'est pas toujours une chose simple d'indiquer une technique qui donnera des résultats proches des valeurs absolues, précise, reproductible dans un même laboratoire avec des techniciens différents et dans des laboratoires différents. Il est souvent nécessaire d'avoir plusieurs méthodes pour mesurer la même propriété dans des conditions différentes. Elles doivent avoir une corrélation positive, étroite. Une grande partie du travail de l'Institut a consisté à créer de nouvelles méthodes et à en modifier d'autres à des fins spécifiques. Par exemple, il était utile d'avoir une méthode pour

mesurer la teneur en solides de la boisson dans les cas où il n'était pas possible de disposer d'un laboratoire. Un hydromètre adéquat existait, mais était sans utilité parce qu'un tableau mettant en corrélation l'échelle de valeurs arbitraires et les concentrations réelles en solides, exprimées en pourcentage, n'avait jamais été préparé. Cet hydromètre, qui est décrit dans une publication de l'Institut, est maintenant employé couramment par les techniciens envoyés dans les usines, par les commerçants et par les fabricants de machines. Bien que les valeurs ne soient pas aussi précises que celles obtenues par étuvage, il permet une discussion et la démonstration sur le champ de la préparation de la boisson. Sa valeur, pour la promotion de l'intérêt pour la préparation d'une bonne boisson, est inestimable. L'Institut a maintenant des méthodes pour mesurer la teneur en eau du café vert, torréfié et instantané, la totalité des solides solubles dans le café vert et dans le café torréfié, la teneur en solides de la boisson, la densité apparente du café vert et torréfié, la distribution par taille des particules du café torréfié et moulu, le pH et l'acidité totale du café torréfié et de la boisson, la couleur du café vert et du café torréfié, la couleur de la boisson, les matières non solubles dans la boisson, les taux d'extraction des cafés torréfiés. Il a esquissé une technique pour juger la valeur des différents types d'appareils servant à préparer le café-boisson. Ces méthodes ne sont pas standards, bien que quelques-unes soient employées par de nombreux laboratoires dans tout le pays. On espère que tôt ou tard une occasion se présentera pour entreprendre un programme d'expériences en collaboration avec d'autres laboratoires et la préparation éventuelle d'un manuel de méthodes de référence pour tous les technologistes du café. Néanmoins, la méthodologie a contribué utilement à éliminer le langage imprécis et vague de la profession. Il n'est pas possible de souligner davantage l'importance de cet aspect du problème.

* * *

On pouvait s'attendre quelque peu à ce que cet exposé contienne une étude complète sur la composition chimique du café et de la boisson préparée avec celui-ci dans des conditions variées. Rendre compte d'un tel travail aurait été vraiment considérable. Si cela n'a pas été fait et ne peut être entrepris maintenant, c'est simplement parce que l'industrie n'en a pas eu besoin, parce que l'industrie n'était pas prête pour ce genre d'information et qu'il y avait beaucoup d'autres problèmes qui passaient bien avant et qui exigeaient l'attention totale de l'Institut. Par exemple, l'Institut a appris qu'une torréfaction, qu'une mouture, qu'une extraction excessives ne donnent pas une boisson plus forte ; ces mauvaises pratiques produisent seulement un goût indésirable, d'une grande intensité, qui n'est pas celui du



*Laboratoires de chimie de l'IFCC :
hotte de chromatographie*

café et qui a été qualifié à tort de « fort ». Il a appris que les eaux contenant des impuretés, ainsi que les eaux modifiées par des traitements de conditionnement spécifiques sont nuisibles au goût du café. Il a appris à respecter le temps comme un des facteurs de la préparation de la boisson ; la boisson (qu'on serve 1 ou 1.000 tasses) devrait être préparée aussi rapidement que possible, et en tout cas en moins de 8 mn. Il a aussi appris que la boisson peut être préparée en un temps aussi court que quatre secondes, si toutes les conditions sont soigneusement contrôlées. En outre, il a appris que les caractéristiques de construction des différents types d'appareils de préparation du café-boisson modifient le goût véritable du café qui s'était formé pendant le procédé de fabrication grâce à une torréfaction et à un mélange adéquats. Cela ne devrait pas être. La conception d'un appareil devrait toujours être subordonnée au goût du produit torréfié ; la construction devrait permettre le transfert du goût d'un produit dans la boisson, son altération étant réduite au minimum. Pour atteindre cet objectif, le travail a consisté à aider les industriels à modifier les vieux appareils et à en concevoir de nouveaux. Le C. B. I. a lancé des campagnes pour que le public apprenne à reconnaître et à apprécier la boisson bien préparée et les appareils bien conçus. Il a contribué à organiser des programmes de contrôle statistique de la qualité fondé sur les propriétés mesurables du café et de la boisson. Il a fourni une documentation sur le café aux industries connexes, telles que l'industrie du conditionnement, pour qu'elles comprennent mieux la relation entre leurs produits et le café. Ceci est naturellement nécessaire à un planning efficace de la recherche et du développement associés. Les détails des études chimiques sont exposés dans les publications de l'Institut. En bref, les technologistes du café de l'Institut ont pour la plupart contribué à un travail se rapportant à la transmission du goût du café avec toutes ses caractéristiques, quels que soient le mélange et la torréfaction, dans la

boisson et au contrôle et à l'élimination de tous les facteurs tendant à altérer ce goût. L'Institut pense qu'il n'est pas possible d'estimer les caractéristiques du goût du café torréfié, qu'il soit pur ou mélangé, à moins que les facteurs influençant le goût de la boisson soient complètement connus, compris et contrôlables. La connaissance, la compréhension et le contrôle de la préparation de la boisson constituaient donc les demandes technologiques de l'industrie quand l'Institut fut organisé et lancé il y a dix ans.

Le travail n'est pas encore fini. Pour progresser, davantage de connaissances sur la chimie de la boisson doivent être acquises. On a supposé qu'une mesure des solides de la boisson est aussi une mesure de la transmission totale du goût. Si la transmission de l'arôme non modifié est plus rapide que la transmission des composants non volatiles du goût, la supposition peut alors être valable à des fins pratiques. Cela doit être confirmé. Bien que l'on sache que les composants individuels du complexe non volatil sont extraits à des degrés différents et que la composition chimique de ce complexe change pendant la durée de l'extraction, il est nécessaire d'en savoir davantage sur la composition du complexe non volatil qui peut être accepté par la plupart des consommateurs. A l'heure actuelle, personne ne connaît la composition chimique détaillée d'aucune boisson. Des mesures doivent être prises pour combler cette lacune sérieuse. Maintenant, il est impossible de dire quel type d'appareil restitue le mieux le goût du café dans la boisson. Une estimation plus précise de ces appareils exige une étude plus détaillée de la chimie du café et de la boisson. Il est nécessaire d'obtenir plus de détails sur les changements qui se produisent dans la boisson après sa préparation afin que les techniques pour conserver le goût puissent être trouvées. Comme ces changements sont dus en grande partie à la perte et à l'altération de l'arôme, cet aspect du goût du café exige plus d'attention. En tant que partie importante du travail, la chimie des changements dans l'arôme du café après la torréfaction, mais avant l'emploi dans la préparation de la boisson, doit être mieux connue. Ces indications peuvent être employées pour créer de meilleures techniques qui puissent protéger et retenir l'arôme et assurer qu'une plus grande quantité de cette part précieuse du goût soit transmise à la boisson comme elle le devrait.

On a déjà accumulé de la documentation sur la chimie du café. Malheureusement, une grande partie ne peut pas être utilisée par l'industrie aujourd'hui, parce qu'elle a été obtenue pour des raisons ou dans des circonstances qui n'avaient pas de rapport avec les exigences de

l'industrie. On peut la qualifier de documentation fondamentale ou générale, mais elle n'est pas utile. L'accent donné à l'utilité de la documentation est justifié dans le cas de l'industrie du café, parce que si peu de technologues pour des études sur le café et sur la boisson et relativement si peu d'argent sont disponibles que les problèmes ayant directement rapport aux exigences de l'industrie doivent avoir la priorité. On a trouvé que ce qui est bon pour le consommateur est aussi bon pour l'industrie. Par conséquent, toutes les fois qu'un problème ou une question ont été soulevés, une question opposée a aussi été posée : « est-ce que la réponse aidera à améliorer la boisson ». La réponse à cette question dans un avenir proche doit toujours être « oui ».

L'Institut travaille seulement à la technologie du café d'une façon limitée. Il ne sait pas quelle quantité de café vert est récoltée, transformée, triée, entreposée ou transportée. Il ne sait pas comment les résultats des programmes de génétique, d'agriculture ou de traitement des récoltes sont évalués. D'autre part, il n'a connaissance d'aucun travail dans les pays producteurs, sauf en Inde, qui prenne en considération le produit final, la boisson, de l'acceptation duquel l'achat ou le refus des cafés verts dépend. Il y a ici une grande lacune dans la chaîne d'interdépendance à laquelle on doit remédier. Il semble maintenant qu'avec la formation du conseil mondial du café on puisse espérer qu'on y remédie.

Il est certainement très encourageant pour l'Institut de voir l'établissement à Paris d'un nouveau laboratoire, où des problèmes similaires à ceux qui ont rendu perplexe l'Institut pourront bientôt être étudiés. Ce dernier, avec celui de New-York et le beau laboratoire de Mysore délimiteront un triangle de technologues travaillant tous à des fins semblables. Puissent la forme géométrique de cette figure continuer à changer et les liens d'amitié qui se sont formés à partir d'un intérêt commun se renforcer.

BIBLIOGRAPHIE

1. Pan-American Coffee Bureau, New York, N. Y. Annual Coffee Statistics, 1961.
2. Pan-American Coffee Bureau, New York, N. Y. Coffee drinking in the United States, Winter 1962.
3. Coffee Brewing Institute, Inc., New York, N. Y. Publication n° 8.
4. Coffee Brewing Institute, Inc., New York, N. Y. List of publications, materials and services. Publication n° 29, 1963.
5. Coffee Brewing Institute, Inc., New York, N. Y. The coffee hydrometer. Publication n° 43, 1959.

REMARQUE

Remarque de M. SIMON : M. LOCKHART déclare que « la concentration en extraits solubles doit être de 1,25 % ». Ce pourcentage de 1,25 semble extrêmement faible. En effet, tous les essais que j'ai effectués avec des cafetières ménagères ou des percolateurs du commerce donnent des chiffres de 2,5 %, 3 % pour un café jugé « convenable ». Des concentrations en extraits solubles inférieures à 2 % ont toujours été jugées « faibles », « plates », à la dégustation.

LOCKHART (E. E.). — **La chimie du café torréfié et de la boisson dans ses rapports avec les besoins de la profession.**

1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 201-208.

L'industrie du café a deux objectifs : tout d'abord vendre du café, ensuite en vendre jusqu'à saturation du marché mondial potentiel ; en se basant sur des observations étayées de quelques chiffres, l'A. schématise l'avenir potentiel du café dans le monde et situe le niveau auquel doit se placer une discussion du rôle des technologues du café, et en particulier de ceux dont les travaux sont essentiellement consacrés au café-boisson, dans le cadre du second objectif poursuivi.

L'A. expose ensuite le rôle des technologues du café en s'appuyant sur l'expérience acquise au cours des dix dernières années par le Coffee Brewing Institute, en relation avec l'activité industrielle aux Etats-Unis.

L'acquisition et la divulgation de renseignements sont deux principes qui doivent guider l'activité des techniciens du café. Les résultats doivent être le plus possible vulgarisés sous forme de chiffres et de mesures simples. Il appartient aussi aux technologues de mettre au point les méthodes requises pour répondre aux questions qui se posent ou que l'on envisage.

Une partie du travail du C. B. I. a été consacrée à la mise au point de méthodes et à l'adaptation d'autres déjà existantes (l'Institut possède maintenant des méthodes pour mesurer la teneur en eau des cafés verts et torréfiés et des cafés solubles ; pour mesurer les solides solubles totaux du café vert et du café torréfié, etc...).

Jusqu'à maintenant, la composition chimique du café et du café-boisson préparés de différentes façons n'a pas été déterminée complètement par le C. B. I., l'industrie du café n'ayant pas besoin de ces renseignements. La priorité a été donnée à de nombreux autres problèmes dont l'A. cite les principaux (par exemple, l'effet nuisible sur l'arôme d'une torréfaction excessive, d'une mouture trop fine, d'une extraction trop poussée).

Le C. B. I. ne s'attache qu'à une partie de la technologie du café ; il ne s'occupe pas de la façon dont le café est produit, traité, etc... D'autre part, il ne semble pas que des travaux aient été entrepris sur la boisson dans les pays producteurs, à l'exception de l'Inde. Il y a un fossé qui doit être comblé.

La création d'un nouveau laboratoire de chimie et de technologie du café à Paris est un grand encouragement pour le Coffee Brewing Institute.

LOCKHART (E.E.). — **The chemistry of roasted coffee and beverage in relation to industry requirements.**

1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 201-208.

The coffee industry has two objectives : firstly to sell coffee and secondly to sell coffee to the greatest extent of the market's potential : on the basis of several observations supported by a few figures, the Author outlines the possible future uses of coffee throughout the world and sets the actual situation for discussion of the part played by coffee technologists and particularly with regard to the work essentially devoted to coffee beverage, with the second objective in view.

Then the role of coffee technologists is dealt with in accordance with the experience acquired by the Coffee Brewing Institute during the past ten years, in relation to industrial activity in the United-States. Acquisition and dissemination of information are con-

LOCKHART (E.E.). — **Die Chemie der gerösteten Kaffees und des Kaffeegetränkes in Bezug auf die Bedürfnisse des Berufsstandes.**

1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 201-208.

Die Kaffeeindustrie verfolgt zwei Ziele : zunächst Kaffee zu verkaufen und zweitens ihn bis zur Sättigung des potentiellen Weltmarktes zu verkaufen. Auf der Grundlage einiger Zahlen zeigt der Verfasser die mögliche Zukunft des Kaffees in der Welt auf, und gibt das Niveau an, auf dem die Diskussion über die Rolle der Technologen des Kaffees geführt werden sollte, insbesondere derjenigen deren Arbeiten im Rahmen des zweitgenannten Zieles wesentlich auf das Kaffeegetränk ausgerichtet sind.

Der Verfasser trägt danach die Aufgaben der Technologen des Kaffees vor, und stützt sich dabei auf die Erfahrungen, die im Laufe der letzten zehn Jahre vom Coffee Brewing Institute in Zusammenhang mit der industriellen Tätigkeit in den Vereinigten Staaten gesammelt worden sind.

Die Erarbeitung und die Verbreitung von Angaben sollen zwei grundsätzliche Aufgabenbereiche für die Tech-

LOCKHART (E.E.). — **Química de los cafés tostados y de la bebida en sus relaciones con las necesidades de la profesión.**

1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 201-208.

La industria del café posee dos objetivos : primeramente vender café, después vender hasta saturación del mercado mundial potencial ; basándose en observaciones reforzadas por algunas cifras, el autor ofrece las líneas generales del porvenir potencial del café en el mundo y sitúa el nivel en que debe situarse un debate del papel de los tecnólogos del café, y en especial de aquellos cuyos trabajos se dedican primordialmente al café-bebida, dentro de los límites del segundo objetivo proseguido.

Después el autor expone el papel de los tecnólogos del café apoyándose en la experiencia adquirida durante los diez últimos años por el Coffee Brewing Institute, con relación a la actividad industrial en los Estados-Unidos.

cepts that should govern the action of coffee technologists. One of the simplest way of conveying information is to use numbers and simple measures.

It is the responsibility of coffee technologists to develop suitable analytical methods to solve actual and possible future problems that may arise. A large part of the Coffee Brewing Institute's work has been the development of new methods and modification of others for specific purposes (the Institute has now methods for measuring water content in green, roasted and instant coffee ; total soluble solids in green and roasted coffee, etc...).

Up to now a complete estimation of the chemical composition of coffee and coffee beverage, prepared in a number of different ways has not been carried out by the C. B. I. ; the industry has had no need for it. Priority was given to a number of other problems, the main ones being outlined by the Author (e. g. : excessive roasting, excessive grinding, excessive extraction are malpractices which yield bad beverage).

The Institute is only concerned in coffee technology to a limited extent ; it does not deal with the way in which green coffee is grown, processed, etc... On the other hand, no investigations are known to have been carried out on coffee beverage in the producing countries, except in India. And, here there is a breach in our knowledge to be filled.

It is most heartening to the C. B. I. to see the establishment of a new laboratory in Paris.

niker des Kaffees sein. Die Ergebnisse müssen soweit wie möglich durch Zahlen und einfache Massnahmen allgemein verständlich dargestellt werden. Es ist weiterhin die Aufgabe der Technologen die erforderlichen Methoden zu entwickeln, um Fragen zu beantworten, die bereits auftreten, oder mit denen gerechnet werden muss.

Ein Teil der Arbeit des C. B. I. ist der Entwicklung von Methoden und der Anpassung anderer schon bestehenden Methoden gewidmet worden (Das Institut verfügt jetzt über Methoden zur Messung des Wassergehaltes, der rohen und gerösteten Kaffees sowie der löslichen Kaffeepulver, zur Messung der insgesamt löslichen Feststoffe im rohen und im gerösteten Kaffee, usw.).

Bisher sind die chemischen Zusammensetzungen des Kaffees und des auf verschiedene Weisen bereiteten Kaffegetränkes noch nicht vom C. B. I. vollständig bestimmt worden, da die Kaffeindustrie diese Angaben nicht braucht. Der Vorrang ist zahlreichen anderen Problemen gegeben worden, von denen der Verfasser die wichtigsten erwähnt (Z. B. schädliche Einwirkung eines übertriebenen Röstens, einer zu feinen Mahlung, einer zu weit getriebenen Extraktion auf das Aroma).

Das C. B. I. befasst sich nur mit einem Teil der Technologie des Kaffees. Es kümmert sich nicht um die Art der Herstellung, Behandlung usw des Kaffees. Weiterhin scheint es aber, dass von Indien abgesehen in den Herstellerländern noch keine Untersuchungen über das Kaffegetränk unternommen worden sind. Da ist noch eine Lücke auszufüllen.

Die Gründung einer neuen Laboratorium für die Chemie und die Technologie des Kaffees in Paris ist eine grosse Ermutigung für das Coffee Brewing Institute.

La adquisición y divulgación de los informes constituyen dos principios que deben guiar la actividad de los técnicos del café. Los resultados se deben vulgarizar lo más posible en forma de cifras y medidas sencillas. Es también de la incumbencia de los tecnólogos preparar los métodos requeridos para responder a las cuestiones que se planteen o se consideren.

Una parte del trabajo del C. B. I. fue dedicado a la preparación de métodos y a la adaptación de otros ya existentes (el Instituto posee ahora métodos para medir el porcentaje de agua de los cafés verdes y tostados y de los cafés solubles ; para medir los sólidos solubles totales del café verde y del café tostado, etc.).

Hasta el presente la composición química del café y del café-bebida preparado de diferentes maneras no ha quedado determinado completamente por el C. B. I., ya que la industria del café no necesita tales informes. Se ha concedido la prioridad a otros numerosos problemas y el Autor cita los principales (por ejemplo, el efecto perjudicial sobre el aroma de una torrefacción excesiva, de una molienda demasiado fina, de una extracción demasiado exagerada).

El C. B. I. sólo se dedica a una parte de la tecnología del café ; no se ocupa de la manera en que se produce, trata el café, etc. Por otra parte, no parece que se hayan emprendido trabajos sobre la bebida en los países productores, excepto en la India. Existe una laguna que es necesario llenar.

La creación de un nuevo laboratorio de química y tecnología del café en París es de un gran aliento para el Coffee Brewing Institute.



QUELQUES RÉSULTATS SUR LA COMPOSITION CHIMIQUE

DU CAFÉ VERT D'ANGOLA

(Communication préliminaire)

A. BAIÃO ESTEVES* et C.G.A. PESTANA**

Missão de Estudos Agronomicos de Ultramar, Lisbonne



I. — INTRODUCTION

Ce ne fut qu'en 1958 qu'il a été possible de commencer l'étude chimique et technologique des cafés portugais à la suite d'un programme général de travaux établi par SILVA (1959). Les études précédentes ne sont pas d'accord, en effet, avec la nouvelle orientation prise par l'étude systématique des cafés, soit parce qu'elles se rapportent seulement au produit déjà élaboré (WAHNON, 1934), soit parce qu'elles sont déjà très dépassées (GERALDES, 1930 et GERALDES, ALMEIDA et DUARTE, 1930). Or, il est vrai que la recherche, l'industrie et le commerce exigent aujourd'hui une précision bien supérieure à celle qu'on croyait suffisante il y a quelques années, comme YOUDEN (1961) l'a mis en évidence en ce qui concerne les « standards » physiques en général. En outre, ces études-là n'ont pas été basées sur

un échantillonnage assez représentatif, faute qu'on a essayé d'éliminer, dans la mesure du possible, au cours des travaux commencés en 1958 (cependant, voir 2. 1).

Le « Regulamento para a classificação dos cafés portugueses » (1959) *** reconnaît à l'Angola les régions productrices suivantes : a) Cabinda, b) Ambriz, c) Encoje, d) Cazengo et e) Amboim ; il permet encore la division de cette dernière région en les deux sous-régions e_1) Novo Redondo et e_2) Libolo. Cette classification n'est que le résultat de la tradition commerciale, qui ne se base que sur l'observation empirique et, de cette façon, l'attribution d'un lot de café, sur examen, à une région productrice se fait encore par comparaison aux types traditionnels, ce qui peut introduire dans le classement une assez grande subjectivité. Les études entreprises visent une caractérisation régionale et la définition de critères objectifs de discrimination, basés sur des caractéristiques physiques, chimiques et technologiques.

Dans ce rapport, nous nous proposons de divulguer quelques résultats préliminaires de l'étude chimique des échantillons de café Robusta d'Angola. Ils ne concernent que les pourcentages, par rapport à la matière sèche, de (1) cendres, (2) cellulose brute, (3) matières grasses, (4) protéine brute exempte de caféine et (5) caféine.

* Chef du Groupe de Travaux de Technologie, Mission des Études agronomiques d'Outre-mer (travaux sur place et analyses chimiques).

** Chef du service de statistique mathématique et planification des expériences Mission des Études Agronomiques d'Outre-mer (analyse et interprétation statistique).

*** Règlement pour la classification des cafés portugais.

Ce rapport n'éclaircit qu'une petite partie du problème et nous considérons la présente contribution comme provisoire, car nous estimons qu'une analyse statistique plus poussée des chiffres déjà obtenus permettra d'arriver à des conclusions plus sûres et plus intéressantes (voir 4). En outre, la solution du problème de la détec-

mination de zones, de la classification et de la discrimination doit exiger l'analyse simultanée du plus grand nombre possible de caractéristiques connues. Il sera donc nécessaire de regrouper les chiffres présentés ici avec ceux relatifs à d'autres caractéristiques pour pouvoir arriver à des conclusions plus valables.

2. — MÉTHODOLOGIE

2.1 — Echantillonnage

L'un de nous a parcouru en 1958, pendant l'époque de la récolte et de la préparation du café, les régions productrices d'Angola et il a recueilli 176 échantillons de café vert, dans des plantations européennes et dans des centres de commercialisation de la production indigène. Dans les fermes où il y avait des machines à décortiquer, on a recueilli l'échantillon à la sortie du tuyau de décharge ; dans celles où de telles machines n'existaient pas, on a recueilli un échantillon de cerises sèches que l'on décortiqua après au laboratoire. On s'est toujours efforcé de prendre des échantillons aussi représentatifs que possible de la production et on a utilisé pour la réduction de l'échantillon la technique décrite par ESTEVES et PERALTA (1961).

Comme COCHRAN (1952) l'a mis en relief, les opérations d'échantillonnage peuvent être extrêmement simples ou bien très difficiles. Dans le cas considéré, des difficultés se sont présentées. Malgré les efforts tentés pour aboutir à un échantillonnage assez représentatif, les résultats ne peuvent être envisagés qu'avec une certaine réserve, d'autant plus que dans le cas présent on désire s'appuyer sur ces échantillons pour tirer des conclusions valables pour tout le café produit dans les différentes régions dont les lots sont originaires. Cette réserve découle des considérations suivantes :

a) Il n'a pas été possible d'obtenir des échantillons de la production déjà traitée et/ou commercialisée, et on ne peut pas affirmer que ces cafés n'appartiennent pas à une sous-population avec des caractéristiques différentes.

b) Faute d'une bonne base de sondage, les plantations n'ont pas vraiment été choisies au hasard, ce qui, lié aux difficultés de transport, peut avoir faussé les résultats d'une façon inconnue ; naturellement, pour la production indigène, ces difficultés ont été plus grandes encore.

c) La nécessité de récolter les échantillons au fur et à mesure des visites des régions successives peut avoir amené à confondre des différences régionales avec de possibles variations dues aux écarts dans les dates de collecte.

d) L'impossibilité de connaître, d'une façon objective, quelle est la fraction de la production régionale représentée par chaque échantillon a empêché de pondérer convenablement les résultats analytiques obtenus, malgré la méthode de sondage à deux degrés, avec des unités du premier degré de taille assez variée, que l'on a employée.

e) Comme il est possible qu'une assez importante composante de la variance, du moins pour certaines caractéristiques, soit associée aux « années », une caractérisation régionale étayée sur les observations d'une seule année ne semble pas très valable.

On estime que, malgré tout, ces limitations ne détruisent pas la valeur des résultats en ce qui concerne leurs aspects essentiels, quoiqu'ils doivent être confirmés.

Les résultats analytiques de quelques échantillons ne furent pas considérés dans ce travail, parce qu'ils se rapportent soit au café Arabica, soit à des régions pour lesquelles le nombre d'échantillons est très réduit.

2.2 — Méthodes d'analyse chimique

Pour la sous-division des échantillons après le nettoyage des matières étrangères, on a utilisé le diviseur mécanique de BOERNER, décrit par ESTEVES et PERALTA (1961).

La teneur en humidité a été déterminée à l'étuve par la méthode de séchage en deux phases décrite par ESTEVES (1960). On a employé les méthodes de l'A. O. A. C. (HORWITZ, 1960) pour déterminer les substances extractibles par l'éther et la teneur en cendre, cette dernière étant obtenue par l'incinération de 5 g de café jusqu'à poids constant et cendre blanche. Pour la détermination de la teneur en cellulose brute, on a employé la méthode de KÜRSCHNER et HANACK, modifiée par BELLUCCI et décrite par NETTO (1959). On a utilisé la méthode de POWER-CHESTNUT, décrite par NAVELLIER (1959) et HORWITZ (1960), pour effectuer les déterminations de la caféine. Pour déterminer la teneur en protéine brute, on a employé la méthode de KJELDAHL adoptée par l'A. O. A. C. (HORWITZ, 1960), avec le facteur 6,25

pour convertir l'azote en protéine, après correction de l'interférence de la caféine par soustraction de son équivalent en azote, c'est-à-dire $3,464^{-1}$ fois la teneur en caféine.

La succession dans le temps des analyses chimiques n'obéissant à aucun plan statistique, il n'est pas possible d'estimer et d'éliminer les effets possibles, sur le résultat de certaines déterminations, des différents stades de vieillissement des échantillons au moment de l'analyse.

2.3 — Méthodes d'analyse statistique

On a estimé, pour chacune des régions R_j ($j = 1, \dots, 5$), les vecteurs moyens, $\bar{\mathbf{x}}_j$, et les matrices des covariances, Σ_j , de la répartition à plusieurs variables : $x_1 =$ cendre, $x_2 =$ cellulose, $x_3 =$ matières grasses, $x_4 =$ protéine et $x_5 =$ caféine, d'après les équations (*)

$$\bar{\mathbf{x}}_j = \frac{1}{N_j} \sum_{\alpha=1}^{N_j} \mathbf{x}_{j\alpha}$$

et

$$\Sigma_j = \frac{1}{N_j - 1} \mathbf{A}_j = \frac{1}{N_j - 1} \sum_{\alpha=1}^{N_j} (\mathbf{x}_{j\alpha} - \bar{\mathbf{x}}_j) (\mathbf{x}_{j\alpha} - \bar{\mathbf{x}}_j)'$$

où : \mathbf{x}_j est le vecteur colonne $\{x_1, \dots, x_5\}$ et $N_j = 1 + n_j$ est le nombre d'observations relatives à la région R_j .

L'hypothèse

$$\Sigma_1 = \Sigma_2 = \dots = \Sigma_5 = \Sigma \quad (1)$$

a été essayée au moyen du paramètre statistique (ANDERSON, 1958)

$$W = \frac{\prod_{j=1}^q |\mathbf{A}_j|^{\frac{1}{2} n_j}}{|\mathbf{A}|^{\frac{1}{2} n}} \left[\prod_{j=1}^q \binom{1}{k_j} \right]^{\frac{1}{2} np}$$

où : q est le nombre de régions ; p le nombre de variables ; $n = \sum_{j=1}^q n_j$; $K_j = n_j/n$ et $\mathbf{A} = \sum_{j=1}^q \mathbf{A}_j$.

Les données utilisées pour cette étude ne se rapportent pas à toutes les régions productrices de café en Angola. En effet, comme le nombre d'observations se rapportant à Cabinda et à Libolo était très petit, ces observations ont été exclues. Cependant on a considéré une autre

* \mathbf{x} , Σ , \mathbf{A} , etc. représentent des vecteurs et des matrices ; leur transposition est représentée par une apostrophe (') ; $|\mathbf{X}|$ représente le déterminant de la matrice carrée \mathbf{X} .

Si l'hypothèse (1) est vraie, la variable aléatoire $z = -2\rho \log W$,

$$\rho = 1 - \left(\sum_{j=1}^q \frac{1}{n_j} - \frac{1}{n} \right) \frac{2p^2 + 3q - 1}{6(q-1)(p+1)}$$

a approximativement la répartition du χ^2 avec $f = (q-1)p(p+1)/2$ degrés de liberté. Comme la valeur expérimentale de z a assez largement dépassé les seuils de signification usuels, cette simplification a été utilisée et, ni le terme

$$\omega [\Pr \{ \chi_{f+4}^2 \leq z \} - \Pr \{ \chi_f^2 \leq z \}] \quad (2)$$

avec

$$\omega = \frac{p(p+1)}{48\rho^2} \left[(p-1)(p+2) \sum_{j=1}^q \left(\frac{1}{n_j^2} - \frac{1}{n^2} \right) - 6(q-1)(1-p)^2 \right],$$

ni des termes d'ordre supérieur du développement asymptotique de la fonction de distribution cumulative de z ont été pris en considération. Comme on le verra ci-dessous, dans le cas présent, l'effet de (2) est sans intérêt.

Pour des raisons qu'on mentionnera ci-dessous, aucun test de signification sur les moyennes n'a été essayé.

Pour chaque paire de variétés et pour chacune des régions, on a estimé le coefficient de corrélation. En vue de la grande variation du nombre d'observations d'une région à l'autre, la comparaison des coefficients de corrélation n'est pas possible, parce que ceux qui ont été estimés à partir d'un plus petit nombre d'observations sont plus affectés par des erreurs d'échantillonnage. On a fait des tests individuels de la nullité des corrélations, pour les seuils de signification de 0,1, 0,05, 0,025, 0,01 et 0,001, en utilisant le tableau VII de FISHER et YATES (1957). On croit qu'une telle procédure ne doit pas permettre des affirmations exactes sur les probabilités, parce qu'il s'agit d'une situation de comparaisons multiples, mais elle facilitera l'évaluation de l'importance relative des différentes corrélations.

3. — RÉSULTATS

région à laquelle on ne se référerait pas jusqu'ici — celle de Nambuanguo, qui est généralement incluse dans celle d'Ambriz. Pourtant, le café de Nambuanguo semble présenter des caractéristiques suffisamment particulières pour être considéré comme un type de café différent. Donc, elle a été isolée de celle d'Ambriz et envisagée dans cette étude comme région individualisée, malgré le très petit nombre d'observations ayant porté sur des cafés de cette origine.

Le tableau 1 contient, pour les différentes régions, les

TABLEAU 1 — Vecteurs moyens, moyennes générales et nombre des observations

	Ambriz	Encoje	Cazengo	Amboim	Nambuanguongo	Moyennes
Cendres	3,987	4,020	4,045	4,079	4,139	4,026
Cellulose	8,927	9,933	9,903	9,627	10,306	9,691
Matières grasses	7,445	6,831	7,587	7,106	6,790	7,119
Protéines	13,228	13,410	11,799	12,740	14,120	13,152
Caféine	1,826	1,760	2,096	1,971	1,788	1,841
Nombre d'observations	42	62	15	16	8	143

TABLEAU 2 — Matrices des covariances (chiffres en gras) et coefficients de corrélation (chiffres en caractères normaux)

		Cendres	Cellulose	Matières grasses	Protéines	Caféine
Cendres	Ambriz	0,00875	0,00302	0,00401	0,00555	— 0,00126
	Encoje	0,01496	— 0,02112	0,00527	0,00491	0,00644
	Cazengo	0,01055	0,00138	— 0,01947	0,03222	0,00144
	Amboim	0,00941	0,01256	— 0,00562	0,00501	0,00630
	Nambuanguongo	0,00204	0,00158	0,00271	0,02371	0,00017
Cellulose	Ambriz	0,053	0,37066	0,04377	0,01560	0,03997
	Encoje	— 0,232 +	0,55310	— 0,02346	— 0,01796	— 0,00193
	Cazengo	0,021	0,40922	0,16455	0,19932	0,04359
	Amboim	0,138	0,88039	— 0,41105	0,48976	— 0,15647
	Nambuanguongo	0,066	0,28081	0,20411	0,25294	0,04770
Matières grasses	Ambriz	0,097	0,163	0,19495	— 0,08130	0,00679
	Encoje	0,083	0,061	0,26656	— 0,16034	0,05032
	Cazengo	— 0,186	0,252	1,04371	0,19490	0,26632
	Amboim	— 0,087	— 0,661 **	0,43873	— 0,22458	0,10427
	Nambuanguongo	0,112	0,721 *	0,28580	0,26830	0,06036
Protéines	Ambriz	— 0,078	0,034	— 0,242	0,58102	— 0,02887
	Encoje	— 0,045	— 0,027	— 0,349 **	0,79244	— 0,10578
	Campo	0,296	0,294	0,180	1,12020	0,00128
	Amboim	0,053	0,537 *	— 0,349	0,94636	— 0,20875
	Nambuanguongo	0,621	0,564	0,593	0,71593	0,08800
Caféine	Ambriz	— 0,085	0,415 **	0,097	— 0,240	0,02501
	Encoje	0,243	— 0,012	0,450 ***	— 0,549 ***	0,04691
	Cazengo	0,044	0,216	0,828 ***	0,004	0,09913
	Amboim	0,244	— 0,626 **	0,591 **	— 0,806 ***	0,07092
	Nambuanguongo	0,026	0,638 +	0,801 **	0,738 *	0,01988

+ Significatif pour P = 0,1
* P = 0,05
** P = 0,025
*** P = 0,01
**** P = 0,001

vecteurs moyens, \bar{x}_i , et le nombre d'échantillons analysés. La dernière colonne présente aussi les moyennes générales.

Le tableau 2 présente, simultanément pour les différentes régions, dans la partie supérieure droite, au-dessus de la ligne pointillée (chiffres en gras) les matrices des covariances ; dans la partie inférieure gauche, au-dessous de la ligne pointillée (chiffres en caractères normaux), il présente les coefficients de corrélation pour les différentes régions.

Ci-dessous les résultats de calculs :

$$\begin{aligned} f &= 60 \\ z &= -2\sigma \log W = 119,7806 \\ \omega &= 0,3316 \end{aligned}$$

En utilisant la simple approximation donnée par le χ^2 , avec $f = 60$ degrés de liberté, la probabilité que la valeur $z = 119,7806$ soit plus grande seulement sous l'effet du hasard, quand on a admis l'égalité des matrices de dispersion, est très approximativement la même pour la variable normale réduite

$$\sqrt{2} \chi^2 - \sqrt{2f - 1} = 4,569 \quad (3)$$

qui est trop petite, (environ 2,5 sur un million). Si l'on prend le χ^2 avec $f + 4$ degrés de liberté, il faut remplacer dans l'expression (3) la valeur $\sqrt{119} = 10,909$ par $\sqrt{127} = 11,269$ et la variable normale réduite devient 4,309 ; et cela montre que la correction (2) du

développement asymptotique de la fonction de la distribution cumulative de z n'a aucun intérêt pratique dans ce cas.

Les estimatives des variances généralisées, pour les différentes régions, ont été les suivantes :

Ambriz.....	$\hat{\Sigma}_1 = 0,000.006$
Encoje.....	$\hat{\Sigma}_2 = 0,000.039$
Cazengo.....	$\hat{\Sigma}_3 = 0,000.078$
Amboim.....	$\hat{\Sigma}_4 = 0,000.020$
Nambuanguo.....	$\hat{\Sigma}_5 = 0,000.000.026$

et l'estimative obtenue par groupage des écarts a été :

$$|\Sigma_A| = \left| \frac{1}{n} \mathbf{A} \right| = 0,000.043.$$

Nonobstant n'ayant essayé aucun test des différences entre les moyennes, il sera peut-être instructif de comparer cette estimative-là avec celle obtenue dans l'hypothèse où il s'agissait d'une seule population.

Celle-ci vaut

$$|\Sigma_B| = \left| \frac{1}{n} \mathbf{B} \right| = 0,000.104$$

avec

$$\mathbf{B} = \sum_{j=1}^q \sum_{z=1}^{N_j} (\mathbf{x}_{jz} - \bar{\mathbf{x}}) (\mathbf{x}_{jz} - \bar{\mathbf{x}})'$$

$\bar{\mathbf{x}}$ étant le vecteur des moyennes globales présentées à la dernière colonne du tableau 1.

4. — DISCUSSION

Le caractère préliminaire de cette communication ne justifie pas une discussion détaillée des résultats numériques obtenus. Nous nous bornerons à de brefs commentaires.

L'aspect le plus important des résultats obtenus semble être l'hétérogénéité, parmi les différentes régions, des variances généralisées, qui est assez fortement soutenue par le test de signification. On peut admettre que, du moins en partie, les différences parmi les variances généralisées sont la conséquence du fait que les régions traditionnelles de production du café sont en réalité constituées d'un nombre variable de régions plus homogènes. Nambuanguo, avec une petite variance généralisée en comparaison avec d'autres régions, est peut-être la seule exception.

En effet, la représentation graphique des données provenant de l'Ambriz a déjà suggéré, pour toutes les variables étudiées, l'existence de deux sous-populations plus homogènes au moins. L'examen des estimatives des variances généralisées semble admettre la généralisation de cet aspect pour d'autres régions. Il se peut que les variances généralisées soient à peu près proportionnelles au nombre des populations homogènes élémentaires.

En tout cas, il semble désirable d'essayer la subdivision des régions actuelles dans leurs zones constitutives de plus grande homogénéité. Seul un tel morcellement permettra des comparaisons entre les zones résultantes. En effet, bien que des tests de normalité n'aient pas été appliqués, on ne pourra pas admettre, sans risque, la théorie normale pour les régions maintenant considérées. Ainsi on n'a fait aucune comparaison entre les moyennes du tableau 1.

Les régions ne sont pas actuellement bien délimitées et il serait peut-être plus exact d'attribuer certains échantillons à une région différente de celle à laquelle ils sont censés appartenir. Il se peut que ceci ait masqué une certaine régularité des résultats. Aussi, la recherche de cette régularité a-t-elle été remise jusqu'à ce que des analyses permettent l'établissement de zones plus homogènes et un classement plus précis, dans la zone qui convient, des échantillons marginaux. Ce type d'analyse exige une connaissance exacte des lieux d'échantillonnage. Pour le moment on ne possède pas de renseignements suffisamment détaillés sur ce point. Cette information peut, cependant, être reprise par les services administratifs, puisque l'on connaît les noms des plantations où les échantillons ont été recueillis.

BIBLIOGRAPHIE

1. ANDERSON, T. W. — An introduction to multivariate statistical analysis. John Wiley. New York (1958).
2. COCHRAN, W. G. — Sampling Techniques. Wiley and Sons. New York (1952).
3. ESTEVES, A. Baião et PERALTA, M^a. Flora. Amostragem de lotes de café cru comercial. *Rev. Café port.* (Lisboa) **8** (32) : 114-141, 1961.
4. ESTEVES, A. Baião. — Avaliação do teor em humidade de café cru comercial. *Rev. Café port.* (Lisboa) **7** (27) : 33-74, 1960.
5. FISHER, R. A. et YATES, F. — Statistical tables for biological, agricultural and medical research. Oliver and Boyd, Edinburgh (1957).
6. GERALDES, C. E. Melo. — Aperçu sur le café aux colonies portugaises. Lisboa. Imprensa Limitada. 1930. (Sep. An. Inst. Sup. Agr. **14**).
7. GERALDES, C. E. ; ALMEIDA, Avelino et DUARTE, C. — Contribution à l'étude des caractéristiques des types commerciaux des cafés de l'Angola. Lisboa. Imprensa Limitada. 1930.
8. HORWITZ, W. — Official methods of analysis of the Association of Official Agricultural Chemists. 9th ed. Washington. Association of Official Agricultural Chemists. 1960.
9. NAVELLIER, P. — Analyse chimique du café. In « Les caféiers et les cafés dans le monde ». COSTE, R. éd. Larose (Paris). Vol. 1. Tome 2. 221-256, 1959.
10. NETTO, Isidoro. — Análise de géneros alimentícios. Lisboa. Edição do autor. 1959.
11. SILVA, H. LAINS e. — Caracterização física, química e tecnológica dos cafés portugueses. *Rev. Café port.* (Lisboa) **6** (21) : 5-9, 1959.
12. WAHNON, J. Silva. — Cafés torrados nacionais. Contribuição para o seu estudo. Lisboa. Direcção-Geral dos Serviços Agrícolas. 1943.
13. Regulamento para a classificação dos cafés portugueses. Lisboa. Junta de Exportação do Café. 1959.
14. YODEN, W. J. — Statistical problems arising in the establishment of physical standard. Proc. 4th. Berkley Symposium math. Statist. Probab. (1961) **3** : 321-335 (International Journal of Abstracts, Statistical Theory and Method : Abstract n° 4/181 (1963).

DISCUSSION

M. NAVELLIER : Je me permets de souligner tout l'intérêt que présente le travail de M. ESTEVES qui est le premier à avoir fait une série d'analyses dans un pays et à en avoir tiré une interprétation statistique. Il serait intéressant que M. ESTEVES communique les méthodes d'analyse qu'il a employées afin que, si des travaux similaires étaient entrepris, la comparaison puisse également porter sur les méthodes, parce que les résultats sont fonction des méthodes choisies.

Ceci est une illustration pratique des remarques de M. ILLY.

Nous attendons donc avec intérêt l'indication des méthodes.

M. KADEN : Votre analyse est très intéressante, particulièrement en ce qui concerne la qualité des Robusta d'Angola, car il existe de grandes différences entre ces cafés dont certains sont proches des Arabica. Avez-vous trouvé des différences dans la composition chimique des cafés des différentes régions d'Angola ?

— *M. ESTEVES* : Oui, la composition chimique change du nord au sud du pays et n'est pas en accord avec la réglementation actuellement en vigueur dans le domaine commercial. Je vous communiquerai les résultats des analyses.

M. KADEN : Cet exposé est intéressant pour l'IFCC qui doit avoir le même cas en Côte d'Ivoire ; les cafés diffèrent sans doute d'une région à l'autre et il est souhaitable de rechercher la meilleure qualité commerciale.

ESTEVES (A. BAIÃO), PESTANA (C. G. A.). — **Quelques résultats sur la composition chimique du café vert d'Angola.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 209-215.

Les Auteurs présentent les résultats des déterminations des pourcentages de (1) cendres, (2) cellulose brute, (3) matière grasse, (4) protéine brute sans caféine et (5) caféine, dans la matière sèche de 143 échantillons de café Robusta. Ces résultats s'intègrent dans de plus larges études en cours de réalisation à la « Mission des Etudes Agronomiques d'Outre-Mer » de Lisbonne, relatives à la caractérisation et à la discrimination des types régionaux des cafés en Angola, en fonction des caractéristiques physiques, chimiques et technologiques.

Les échantillons ont été recueillis directement en des domaines européens et indigènes et sont représentatifs de quelques régions traditionnelles de la culture du café Robusta d'Angola.

C'est le but des Auteurs d'étudier la valeur de la distinction faite entre quelques régions productrices, admise par la réglementation commerciale, mais appuyée seulement sur l'observation empirique et sur la tradition. Cependant, les Auteurs présentent leurs conclusions avec réserve, car ils estiment que seule une analyse plus détaillée des chiffres obtenus, en se basant sur une connaissance plus exacte de la localisation des points de provenance des échantillons, permettra une identification plus précise des régions d'origine et conduira à des conclusions plus sûres. D'un autre côté, la valeur du principe traditionnel qui servait à caractériser les zones, ne pourra être discutée rationnellement qu'après avoir considéré d'autres caractéristiques.

Les méthodes d'analyse furent celles employées habituellement par le laboratoire.

ESTEVES (A. BAIÃO), PESTANA (C.G.A.). — **Some results on the chemical composition of the raw coffee of Angola.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 209-215.

The authors present here some results of the percentages on (1) ashes, (2) gross cellulose, (3) fats, (4) gross protein not including caffeine and (5) caffeine, verified in the dry content of 143 samples of Robusta coffee. These results form part of a more extensive programme of research that is at present being carried out under the « Portuguese Overseas Organization for Agricultural Research », concerning the characterization of quality and ability to discriminate between different regional kinds of coffee in Angola, with regard to physical, chemical and technological characteristics.

The samples were picked directly from both European and native farms and are representative of some of the traditional regions of the Robusta coffee plantations in Angola.

The authors intend to study the real value of the distinction made between some of the productive regions admitted by the commercial laws, but which are based merely on empirical observations and tradition. However, the authors make some reserves about the conclusions they present, as they believe that only a more detailed analysis of the figures obtained that are based on more precise knowledge of the exact localization from which the samples were derived, would enable a more precise identification of the region of origin of the sample to be made, and would lead to more definite conclusions. Otherwise the true value of the traditional principle according to which the regions are established can only be discussed if other characteristics are taken into consideration.

The methods of chemical analysis were the usual ones.

ESTEVES (A. BAIÃO), PESTANA (C.G.A.). — **Einige Ergebnisse über die chemische Zusammensetzung des rohen Angola-Kaffees.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 209-215.

Die Verfasser tragen die Ergebnisse der prozentualen Bestimmung der Aschen, der gesamten Zellulose, der Fettstoffe, der gesamten koffeinfreien Eisweissstoffe und des Coffeins in der Trockenmasse von 143 Proben der Kaffeesorte Robusta vor. Diese Ergebnisse gehören zu umfangreicheren Untersuchungen, die augenblicklich von der « Mission für überseeische landwirtschaftliche Forschung » durchgeführt werden, und welche die Kennzeichnung und die Unterscheidung der regionalen Kaffeesorten in Angola in Abhängigkeit physikalischer, chemischer und technologischer Kriterien zum Gegenstand haben.

Die Kaffeeproben sind unmittelbar auf den Pflanzungen europäischer oder eingeborener Betriebe entnommen worden und sind für einige traditionelle Gebiete des Kaffeeanbaues der Sorte Robusta in Angola repräsentativ.

Es ist das Ziel der Verfasser, die durch eine handelsübliche Regelung anerkannte sondern nur auf empirische Beobachtungen und Tradition ruhende Unterscheidung von einigen Aubaugenden zu schätzen. Die Verfasser tragen aber ihre Schlussfolgerungen mit der Einschränkung vor, dass sie noch eine auf genauere Kenntniss der Proben-Herkunftsstellen gegründete eingehende Analyse der erhaltenen Zahlen für notwendig erachten. Dadurch sollte eine genauere Kennzeichnung der Anbauggebiete und eine sicherere Schlussfolgerung möglich werden. Weiterhin kann auch der Wert der traditionellen Beurteilung erst nach Durchsicht weiterer Kennzeichen erörtert werden.

Es wird die üblicherweise im Labor verwendeten Analysemethoden gebraucht.

ESTEVES (A. BAIÃO), PESTANA (C. G. A.). — **Algunos resultados sobre la composición química del café verde de Angola.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 209-215.

Los Autores presentan los resultados de las determinaciones de los porcentajes de (1) cenizas, (2) celulosa bruta, (3) materia grasa, (4) proteína bruta sin cafeína y (5) cafeína, en la materia seca de 143 muestras de café Robusta. Estos resultados forman parte de más vastos estudios en curso de realización de la « Misión de Estudios Agronómicos de Ultramar » de Lisboa, relativos a la caracterización y discriminación de los tipos regionales de los cafés en Angola, en función de las características físicas, químicas y tecnológicas.

Las muestras se recogieron directamente en fincas europeas e indígenas y son representativas de algunas regiones tradicionales del cultivo del café Robusta de Angola.

El objeto de los Autores es estudiar el valor de la distinción hecha entre algunas regiones productoras admitida por la reglamentación comercial, pero apoyada sólo en la observación empírica y en la tradición. Sin embargo, los Autores presentan sus conclusiones con reserva, pues estiman que únicamente un análisis más detallado de las cifras obtenidas, basándose en un conocimiento más exacto de la localización de los puntos de procedencia de las muestras, permitirá una identificación más precisa de las regiones de origen y llevará a conclusiones más seguras. Por otro lado, el valor del principio tradicional que servía para caracterizar las zonas, sólo podrá ser discutido racionalmente después de que se consideren otras características.

Los métodos de análisis fueron los empleados normalmente por el laboratorio.

CONTRIBUTION A L'ANALYSE ET LA L'APPRECIATION DU CAFÉ TORRÉFIÉ ET DE LA POUDRE D'EXTRAIT DE CAFÉ *

J. WURZIGER

Hygienisches Institut, Hambourg

La différenciation analytique entre des cafés torréfiés contenant de la caféine et des cafés décaféinés se fait généralement par le dosage de la caféine, méthode nécessitant beaucoup de temps. Un examen plus simple est possible par l'intermédiaire de la cire de café. Les couches externes cireuses des grains de café, très adhérentes, contiennent entre autres des substances phénoliques qui, avec 2,6 Dichlorchinonchlorimide en présence d'alcool et d'alcali, donnent une coloration intense bleue à bleu-vert. La réaction est si sensible qu'une coloration perceptible se produit même avec les faibles quantités de cire qui se trouvent sur une fraction de grain. En raison de la sensibilité et de la stabilité de la couleur, cette réaction bleue à l'indophénol peut être utilisée pour un examen des grains de café vert et torréfié.

Méthode de travail (1)

Dans un verre de montre, on ajoute à un grain de café vert ou torréfié une quantité d'alcool à 96 % telle que le grain de café soit juste recouvert. Au bout d'environ 1 mn, le grain est sorti de l'alcool, puis on dépose tour à tour 1 goutte d'une solution 5 % de 2,6 Dichlorchinonchlorimide dans de l'alcool ou de l'éther de pétrole et 1 goutte d'une solution incolore de potasse alcoolique N/2.

En présence de cire de café, la solution alcoolique se colore en bleu à bleu-vert dès que l'on dépose la goutte. La couleur ressort très nettement après le

* Communication présentée en allemand.



mélange de la solution. On obtient généralement un renforcement de couleur par une addition supplémentaire de réactif.

Dans ces conditions expérimentales, la plus forte coloration est obtenue avec le café vert. Un café fortement torréfié fait souvent apparaître une couleur plus faible qu'un café normalement torréfié. Par suite du temps d'action très court de l'alcool sur les grains de café, les substances cireuses des parois externes sont seules éliminées. Dans les conditions expérimentales décrites, l'acide chlorogénique qui contribuerait de façon importante à la réaction colorée n'est pas encore éliminé des grains en quantité perceptible.

La fig. 1 montre différents cafés sur lesquels on a appliqué la réaction : des cafés torréfiés normaux de différentes origines et des cafés torréfiés améliorés par différents procédés. Les procédés de traitement ne provoquent aucune modification s'exprimant par la diminution ou la disparition de ces substances phénoliques génératrices de couleur.

Pour décaféiner un café vert, l'emploi de produits chimiques est toujours indispensable. Par suite de l'action de longue durée du solvant, les couches externes des grains de café sont, par ce procédé, pratiquement complètement éliminées.

La fig. 2 montre la réaction colorée de cafés verts de différentes sortes et soumis à différents traitements.

Les cafés verts étuvés contenant de la caféine ne se différencient pas des cafés verts non traités. Par contre, dans les cafés verts décaféinés, les substances génératrices de couleur n'étaient plus présentes ou tout au moins ne l'étaient plus qu'en très faibles quantités. Pour établir la fig. 2, on a retenu des grains de café qui furent décaféinés en Allemagne, Belgique, Italie et Suisse. Le café vert qui avait été décaféiné depuis plus de 30 ans est intéressant. La réaction colorée montre que le procédé était autrefois soit autre, soit conduit d'une façon moins intensive que cela pourrait être généralement le cas aujourd'hui.

D'après les résultats donnés par les analyses, il est très facile de contrôler si un café vert ou torréfié avait été traité chimiquement. Comme la décaféination est menée par un traitement chimique, il paraît de même suffisant de contrôler les cafés décaféinés à l'aide de cette réaction colorée. En tout cas, on pourrait souvent renoncer au dosage long de la caféine lorsque les grains de café ne donnent plus aucune réaction colorée.

Etant donné que même chaque grain de café considéré individuellement peut être examiné par la méthode décrite, il n'est pas difficile de vérifier l'homogénéité, au moins pour de très petites proportions.

A la fig. 3 sont reproduites les analyses de cafés torréfiés décaféinés vendus couramment dans le commerce.

Parmi les grains de café décaféiné de la fig. 3, trois se révèlent être des grains de café normaux contenant de la caféine, deux grains donnent une coloration plus faible et six seulement se comportent comme du café décaféiné. Pour les grains qui donnent une réaction, il s'agit soit de grains qui ont été introduits par mégarde dans le lot, soit d'un café qui a subi un très mauvais traitement. De toute façon, l'exemple montre que même dans un café décaféiné des différences sensibles peuvent exister. De tels défauts ne peuvent toutefois pas être décelés par la méthode usuelle de dosage de la caféine.

Dans le commerce, on vend aussi couramment des mélanges de café torréfié contenant de la caféine et de café torréfié décaféiné. On trouve même des mélanges de cafés décaféinés et de cafés contenant de la caféine qui doivent cependant être particulièrement « pauvres

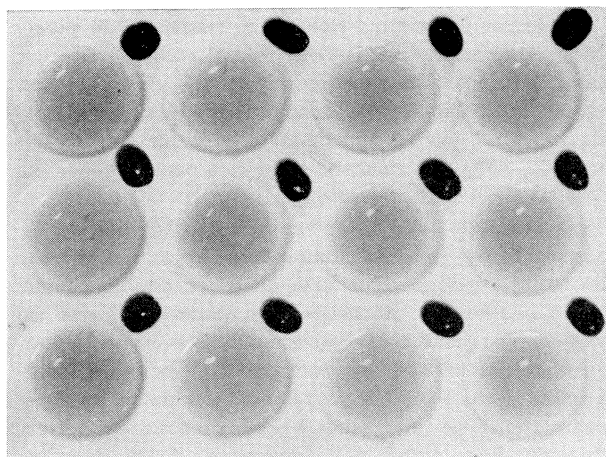


Fig. 1. — Cette figure n'est donnée qu'à titre indicatif de la présentation des expériences, la reproduction en noir et blanc ne permettant pas d'apprécier les changements de coloration. Pour cette raison, les autres figures mentionnées dans le texte, analogues à celle-ci, ne sont pas reproduites. Nous nous excusons auprès de l'Auteur et de nos lecteurs de n'avoir pu faire des clichés en couleurs.

en acide ». Par cette réaction, il est possible de vérifier la composition du mélange et, de plus, on parvient de cette façon à séparer les différentes parties du café. On peut ainsi par des analyses spéciales des composants du mélange vérifier des données particulières. La fig. 4 montre les réactions colorées obtenues avec des grains de café torréfiés, prélevés d'un mélange se composant volontairement pour moitié de café décaféiné et pour moitié de café torréfié « pauvre en acide ». D'après les réactions colorées, quatre de ces grains de café peuvent être considérés comme décaféinés.

Par l'action courte de l'alcool, les grains de café ne subissent aucune modification sensible de leur teneur en acide en particulier. Un examen plus approfondi des cafés différenciés par la réaction colorée peut donc être effectué.

* * *

Les cafés boissons sont obtenus par le passage le plus complet possible dans l'eau d'infusion des substances du café solubles dans l'eau. Mais avec les procédés de préparation usuels, 70 % du café torréfié, et parfois même plus, ne sont pas exploités. Ceci est dû soit au fait que les substances d'extraction solubles dans l'eau n'ont été qu'incomplètement éliminées, soit au fait que, par suite d'une faible torréfaction, la teneur en substances solubles dans l'eau est très faible.

Une partie des substances solubles dans l'eau reste naturellement fixée par adsorption à la surface de ce qu'on appelle le marc de café. Dans ce rapport, nous n'approfondirons cependant pas cette question.

Un extrait de café qui remplit les exigences de plénitude, d'intensité de couleur et d'arôme prescrites pour un café boisson contient environ 1 % de substances extractibles. Ceci signifie que, pour une tasse de boisson de 150 ml, il faut 6 g de café torréfié et que, sur le café torréfié, 25 % des substances du café sont amenées en solution dans l'eau d'infusion.

Un extrait de café, dans l'esprit de la définition légale allemande des produits alimentaires, est un extrait plus ou moins condensé. Par suite de la grande sensibilité et volatilité des substances qui donnent au café sa valeur, il se produit inévitablement une perte de valeur au cours du procédé de séchage. Des boissons faites à partir de café torréfié ne peuvent pas de ce fait être comparées avec celles faites à partir de poudre d'extrait de café. Pour éviter des déceptions, il faut que les poudres d'extrait de café et les boissons de ces poudres soient faciles à reconnaître.

Les constituants minéraux du café vert et torréfié ne varient qu'entre des limites relativement étroites. Ils représentent 4,3 à 4,6 % des produits torréfiés exempts d'eau. Mais les constituants minéraux du café torréfié sont facilement solubles. Par les modes de préparation usuels de la boisson, 90 à 95 % des constituants minéraux sont dissous, dans la mesure où le lessivage est effectué avec une quantité d'eau suffisante. Le pourcentage indiqué s'obtient quand le café torréfié est extrait avec de l'eau dans un rapport de 1/50. Comme les substances minérales ne passent cependant pas complètement en solution lors de la préparation de la boisson, on obtient avec les extraits des quantités de cendres plus faibles qu'avec le café torréfié.

C'est l'extrait total qui exerce la plus grande influence sur l'importance du pourcentage de la teneur en cendres. Si, par exemple, on ajoute aux extraits des hydrates de carbone sans substances minérales pour conserver l'arôme, il s'ensuit une diminution proportionnelle de la valeur des cendres. La situation est la même lorsque l'on mélange aux substances extractibles usuelles solubles dans l'eau des produits d'hydrolyse du café torréfié, pauvres en substances minérales.

Selon F. W. EDWARDS et H. R. NANJI (2), dans les cafés boissons normaux, le rapport extrait/cendre reste à peu près constant à 6/7 : 1. Ceci pourrait aussi être confirmé par de nombreuses analyses caractéristiques. Le degré de torréfaction semble n'avoir aucune influence remarquable sur ce rapport. Des nombres inférieurs à 6,0 pour une solution d'extrait claire font le plus souvent conclure à un lessivage incomplet du café torréfié. Des nombres supérieurs à 8,0 sont souvent obtenus pour des poudres d'extrait de café. A partir des nombres élevés seuls, on peut déduire que les poudres d'extrait de café du commerce n'ont pas la même composition que les extraits de boissons préparées selon les procédés ménagers courants. Ainsi peut-on déterminer rapidement et avec certitude, à partir de la quantité d'extraits et des constituants minéraux, si une boisson a été préparée avec du café torréfié ou de la poudre

d'extrait de café. Par cette détermination cependant, les extraits de café torréfié auxquels ont été ajoutés des corps pauvres ou exempts de substances minérales ne se différencient pas de la poudre d'extrait de café.

Pour savoir s'il s'agit d'une substance d'extrait de café pur, il est nécessaire, pour cette raison, de pratiquer des examens supplémentaires.

Le potassium est un élément essentiel des cendres. Par rapport au café vert, les valeurs obtenues sont le plus souvent comprises entre 1,7 et 1,8 %. Correspondant à la diminution des substances organiques pendant la torréfaction dans le café torréfié, les constituants minéraux augmentent et avec eux la teneur en potassium. A partir des constituants minéraux des mélanges commerciaux de café torréfié, on calcule des valeurs de potassium comprises entre 1,8 et 1,94 %. On en déduit une valeur moyenne de 1,88 % de potassium. 25 % de substances extractibles de café torréfié avec 1,88 % de potassium devraient contenir, après extraction complète des constituants minéraux, 7,5 % de potassium.

La quantité de substances extraites de la poudre de café torréfié lors de la préparation ménagère de la boisson dépend de différents facteurs et entre autres aussi des conditions d'extraction. Dans le tableau 1 sont groupés les résultats des analyses. Ils permettent de voir la variation de la teneur en potassium de l'extrait avec le mode de préparation. Les extraits furent obtenus par lessivage de différents cafés torréfiés avec de l'eau chaude dans un rapport de 1/25, différemment filtrés au bout de 5 mn, puis le résidu fut lavé jusqu'à ce que le rapport café/eau soit de 1/50.

Les cendres des extraits contiennent de 40,4 à 45,4 % de potassium. La teneur en potassium des cendres est toujours supérieure à 40 %. Ceci est très important pour l'examen de pureté. Des teneurs en cendre partiellement très basses, on déduit que dans les conditions expérimentales choisies les substances minérales n'ont pas été complètement éliminées. A partir des valeurs en potassium, on calcule pour les extraits entre 6,5 et 7,5 % de potassium. Si, sous l'action de la vapeur d'eau et de températures très élevées par exemple, on amène en solution plus de substances qu'à l'ordinaire, la teneur en potassium de l'extrait diminue proportionnellement. Par rapport à l'ensemble des constituants minéraux de la boisson, la proportion de potassium reste cependant inchangée.

Dans le tableau 2 sont groupés les constituants minéraux et les quantités de potassium trouvées dans ces constituants pour des poudres commerciales d'extrait de café.

Dans ce genre de résultats, les constituants minéraux ne varient le plus souvent qu'entre 10 et 12 %.

D'après la proportion de potassium contenue dans les cendres, il s'agit, dans les exemples rapportés, d'extraits de café purs. Pour les poudres d'extrait de café, les pourcentages fournis ne sont cependant que de 4,3 à 5,1 % de potassium. En tenant compte des développements précédents, on peut admettre pour le café

TABLEAU 1

Teneur en potassium des substances extractibles du café

Désignation	Extrait %	% de cendres par rapport au café torréfié	% de potassium par rapport à l'extrait	% de potassium par rapport aux cendres
Mélange de café torréfié, extrait à l'eau chaude dans le rapport de 1/25 pendant 5 minutes et filtré à 1/50.	24,28	4,02	6,8	41,1
Mélange de café torréfié, extrait à l'eau chaude dans le rapport de 1/25 pendant 5 minutes et filtré à 1/50.	24,69	3,92	6,5	40,8
Mélange de café torréfié, extrait à l'eau chaude dans le rapport de 1/25 pendant 5 minutes et filtré à 1/50.	24,89	4,21	6,8	40,4
Mélange de café torréfié, extrait à l'eau chaude dans le rapport de 1/25 pendant 5 minutes et filtré à 1/50.	25,05	4,1	7,05	43,1
Café de Colombie faiblement torréfié, extrait à l'eau chaude pendant 5 minutes et filtré à 1/25. . . .	22,60	3,72	6,9	41,9
Café de Colombie faiblement torréfié, extrait à l'eau chaude pendant 5 minutes et filtré à 1/25. . . .	22,05	3,60	7,26	44,5
Café de Colombie faiblement torréfié, extrait à l'eau chaude pendant 5 minutes et filtré à 1/25. . . .	22,68	3,74	7,49	45,4
Café de Colombie faiblement torréfié, extrait à l'eau chaude pendant 5 minutes et filtré à 1/25. . . .	22,84	3,68	7,02	43,5

TABLEAU 2

Teneur en potassium des poudres d'extrait de café

Désignation	Extrait %	Cendres %	% de potassium dans les cendres	% de potassium dans l'extrait
Poudre d'extrait de café. .	100	11,4	40,6	4,66
—	100	11,2	40,9	4,61
—	100	10,75	41,0	4,41
—	100	12,24	40,8	5,08
—	100	11,24	42,7	4,80
—	100	11,32	40,8	4,50
—	100	9,88	43,5	4,30
—	100	10,36	44,4	4,59

torréfié une teneur en potassium de 1,85 %. Lors de la préparation de la boisson, 25 % environ des substances du café sont dissoutes. Si les constituants minéraux passent complètement dans la boisson, un tel extrait contient environ 7,4 % de potassium. Mais, dans des conditions favorables, lors de la préparation de la boisson, 90 à 95 % seulement des constituants minéraux sont dissous, si bien que l'on ne peut compter que sur 1,65 à 1,75 % de potassium pour le café torréfié, et, pour les extraits de café correspondants, on en déduit 6,65 à 7,0 % de potassium. Comme valeur de référence,

6,8 % a été confirmé par la pratique. A cette valeur correspond 1,7 % de potassium dans le café torréfié.

Au cours de l'obtention technique de l'extrait de café, on extrait d'autres substances, qui lors de la préparation usuelle de la boisson restent dans le résidu. Pour porter une appréciation sur une poudre d'extrait de café, il faut de même prendre pour base au moins 6,8 % de potassium pour 25 % de substances extraites.

Inversement, on peut ainsi calculer approximativement la proportion de café torréfié présente dans la poudre d'extrait de café à partir de la teneur en potassium.

Etant donné que dans les conditions techniques d'extraction on extrait aussi en même temps au moins 4 % de constituants minéraux, la proportion de café présente dans la poudre d'extrait de café s'exprime aussi approximativement dans la teneur en cendres.

Pour ces calculs, on utilise les relations simples suivantes :

$$\text{Extrait en \%} = \frac{1,7 \times 100}{\text{teneur en potassium de l'extrait en \%}}$$

$$\text{Extrait en \%} = \frac{4 \times 100}{\text{cendres de l'extrait en \%}}$$

Dans le tableau 3 sont indiquées, en pourcent, les quantités de café torréfié qui, d'après ces relations simples, sont présentes dans les poudres d'extrait de café analysées.

On obtient par les différents moyens des résultats qui concordent bien.

En prenant pour base 4 % de constituants minéraux

totaux et 1,7 % de potassium dans le café torréfié, la quantité de café torréfié présente dans la poudre d'extrait de café se calcule approximativement d'une manière très avantageuse. Pour les boissons, il est, de plus, facile de distinguer par ce moyen si elles ont été préparées à partir de café torréfié ou à partir de poudre d'extrait de café. Un avantage essentiel se trouve dans le fait que le potassium peut être dosé directement dans la boisson, par photométrie de flamme après dilution préalable, et que de ce fait la perte de temps est relativement faible.

Dans les préparations aqueuses de café torréfié et de poudre d'extrait, on peut, par addition d'alcool, séparer les substances brun jaunâtre, dont les quantités sont si variables que le précipité alcoolique sert à analyser les cafés-boissons.

TABLEAU 3

Substances du café torréfié présentes dans les poudres d'extrait de café, calculées à partir des constituants minéraux

Désignation	Substances solubles de café torréfié en %	
	calculées à partir des cendres	calculées à partir du potassium
Extrait de café sous forme de poudre	35,1	36,5
—	35,7	36,9
—	37,2	38,0
—	32,8	33,4
—	35,6	35,4
—	35,6	35,4
—	35,3	37,8
—	40,4	39,5

Les boissons obtenues par les procédés ménagers courants à partir de café torréfié sont souvent troubles, à l'inverse des boissons préparées à partir de poudre d'extrait de café. Pour assurer d'abord une séparation nette des substances génératrices de trouble, l'analyse est conduite sous forme de précipitation alcoolique fractionnée.

Technique opératoire :

1^{re} PRÉCIPITATION ALCOOLIQUE

Un volume de solution d'extrait de café (environ 1 %) est mis en contact avec un volume d'alcool absolu. On laisse reposer pendant 6 h, on filtre, on centrifuge, les substances qui ont été séparées sont lavées avec un mélange en partie égale d'eau et d'alcool absolu, puis finalement retraitées à l'éther et séchées.

2^e PRÉCIPITATION ALCOOLIQUE

On laisse reposer pendant 12 à 14 h un volume de filtrat de la première précipitation alcoolique (1 volume de café-boisson + au total 3 volumes d'alcool absolu).

Puis la substance séparée est à nouveau filtrée ou centrifugée, lavée avec un mélange d'eau et d'alcool absolu, puis finalement relavée à l'éther et séchée.

Dans le tableau 4 ont été rassemblés les résultats obtenus par cette méthode de travail pour des boissons de café torréfié.

Comme le montrent les résultats de ces analyses, les substances insolubles dans l'alcool (2^e précipitation alcoolique) sont toujours à peu près de la même importance. Le degré de torréfaction semble avoir une légère influence dans la mesure où, pour les cafés de forte

TABLEAU 4

Substances des boissons de café torréfié insolubles dans l'alcool

Méthode d'obtention	1 ^{re} précipitation alcoolique		2 ^e précipitation alcoolique	
	Substances en % par rapport à			
	Extrait	Café torréfié	Extrait	Café torréfié
Poudre de café, arrosée avec de l'eau froide et filtrée au bout d'1 h	6,8	1,5	7,4	1,6
Poudre de café sur laquelle on verse de l'eau bouillante, puis filtrée au bout de 5 mn	9,4	2,3	6,5	1,6
Poudre de café cuite pendant 1 h avec de l'eau et filtrée	11,7	3,1	6,0	1,6
Poudre de café lessivée avec de l'eau bouillante par procédés de filtration	9,8	2,3	6,7	1,6
Poudre de café extraite dans une machine à café espresso et filtrée	12,7	3,3	6,6	1,7

torréfaction, on trouve souvent des valeurs un peu plus élevées.

A partir des poudres commerciales d'extrait de café, beaucoup plus de substances insolubles dans l'alcool furent précipitées par la deuxième précipitation alcoolique. Dans le tableau 5 sont groupés quelques exemples.

La première précipitation alcoolique est sans importance pour l'appréciation parce que la proportion de substances génératrices du trouble diffère fortement avec le mode d'obtention et de traitement. Les quantités de substances précipitables par le second traitement furent cependant fondamentalement plus élevées que dans les boissons faites à partir de café torréfié. La quantité de substances insolubles dans l'alcool, qui a été isolée dans les conditions expérimentales choisies, dépend essentiellement des conditions de fabrication de la poudre d'extrait de café. La sorte de café et le degré de torréfaction sont en tout cas d'importance secondaire. D'après les analyses effectuées jusqu'à ce jour, la quantité de substances insolubles dans l'alcool (2^e précipitation) varie dans les boissons de cafés torréfiés normaux entre environ 6,5 et 6,8 %. On a obtenu des quantités légèrement plus faibles dans les boissons de cafés très faiblement torréfiés et des valeurs légèrement plus élevées dans le cas de cafés très fortement torréfiés. La proportion de substances insolubles dans l'alcool est, par contre, dans les mêmes conditions expérimentales, au moins deux fois plus élevée dans les poudres d'extrait de café.

Dans quelques cas particuliers au moins, les substances insolubles dans l'alcool, séparables dans ces conditions, fournissent un complément d'information pour répondre

à la question de savoir s'il s'agit d'une boisson de café pur et si celle-ci a été préparée à partir de café torréfié ou de poudre d'extrait de café.

TABLEAU 5

Substances insolubles dans l'alcool des poudres d'extrait de café

	Proportion de café calculée %	1 ^{re} précipitation alcoolique		2 ^e précipitation alcoolique	
		Substances en % par rapport à			
		Extrait	Café	Extrait	Café
Poudre d'extrait de café	35,5	5,0	1,5	14,9	4,4
—	36,0	2,3	0,7	21,5	7,3
—	37,0	3,4	1,1	20,2	6,4
—	38,0	3,2	1,1	28,9	9,6
—	37,0	1,9	0,7	15,6	5,8
—	28,0	7,0	1,8	13,8	3,5

BIBLIOGRAPHIE

1. J. WURZIGER et Fr. GUNTHER. — *Mitteilungsblatt der GDCh. Fachgruppe Lebensmittelchemie und Gerichtliche Chemie* 14, p. 181 (1960).
2. *Analyst* 63, 323 (1938) Ref. Zul 78.101.

DISCUSSION

M. ALBANESE : La réaction ne peut avoir lieu que dans des conditions de travail précises ; les fèves doivent, par exemple, être introduites dans l'alcool juste par leur partie ronde. De plus, la réaction est limitée aux cafés qui ont été décaféinés par des substances contenant du chlore ; les procédés américains de décaféination sont de ce fait exclus puisque la caféine est retirée des fèves concassées avec de l'eau.

M. GREENWOOD-BARTON : Le réactif qui donne une couleur bleue est-il un dérivé de la cinchonine ?

— M. WURZIGER : Le réactif est un indophénol (dérivé du phénylquinomonoimine).

M. NAVELLIER : Quels sont les réactifs colorés utilisés ?

— M. WURZIGER : On ajoute à une quantité d'alcool suffisante pour recouvrir les grains 0,05 ml de 2,6 Dichlorquinochlorimide et une goutte de potasse alcoolique 0,5 N ; la réaction colorée est immédiate.

WURZIGER (J.). — **Contribution à l'analyse et à l'appréciation du café torréfié et de la poudre d'extrait de café.**

1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 216-222, fig., réf.

Les supports creux de la paroi externe du grain de café donnent une réaction colorée avec 2,6-dichlorquinochlorimide. Contrairement au cas du café contenant de la caféine, sur un café torréfié décaféiné, ces substances sont absentes dans une importante proportion. Une méthode simple de contrôle des cafés décaféinés est rapportée dans cette étude. Dans des cendres de café pures, le pourcentage de potassium n'est généralement pas inférieur à 40 %. La teneur en potassium est souvent suffisante pour apprécier la pureté des extraits de café.

Dans 25 % d'extraits solubles de café torréfié, on peut admettre qu'il y a au moins 6,8 % de potassium. Pour un café torréfié, on en déduit un pourcentage moyen de 1,7 %. En prenant cette valeur pour base, on peut calculer approximativement, de manière simple, la quantité de café torréfié présente dans des poudres d'extrait de café.

Le rapport extrait/cendres est le plus souvent pour des extraits normaux de café torréfié de 6 à 7/1. Dans des poudres d'extrait de café, on a observé des rapports supérieurs à 8. Les constituants minéraux offrent un moyen supplémentaire de calculer la quantité de café torréfié présente dans des poudres d'extrait de café torréfié.

Les extraits de café torréfié et les préparations de poudre d'extrait de café se différencient par les substances jaune-brun du café, séparables par addition d'alcool. La méthode de travail est décrite et les résultats des analyses sont donnés.

WURZIGER (J.). — **Contribution to the analysis and to the evaluation of roasted coffee and of coffee extract powder.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 3, juil.-sept. 1963, p. 216-222, fig., réf.

The waxy supports of the external wall of the coffee bean give a coloured reaction with 2,6-Dichlorchinonchlorimide. Contrary to coffee containing caffeine, these substances do not exist in a large proportion in decaffeinated roasted coffee. A simple method of control of decaffeinated coffee is described in this study. In pure coffee ashes, the potassium percentage is generally not less than 40 %. The potassium content is often sufficient to appreciate the purity of coffee extracts.

In 25 % soluble extracts of roasted coffee, it may be considered that there is at least 6,8 % potassium. From the above it may be deduced that there is a mean percentage of 1,7 % potassium in roasted coffee. Taking this value as a basis, the quantity of roasted coffee contained in a coffee extract powder can be approximately calculated in a simple way.

The ratio extract/ashes is the more often between 6 to 7/1 for normal roasted coffee extracts. In coffee extract powders, ratios above 8 have been observed. The mineral constituents provide an additional means of calculating the quantity of roasted coffee contained in roasted coffee extract powders.

The roasted coffee extracts and the preparations of coffee extract powder are differentiated by the brown-yellow substances of coffee which are separable by addition of alcohol. The method is described and the results of the analyses are given.

WURZIGER (J.). — **Beiträge zur Untersuchung und Beurteilung von Röstkaffee und Kaffee-Extraktpulver.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 3, juil.-sept. 1963, p. 216-222, fig., réf.

Die wachsartigen Auflagerungen auf der Aussenwand der Kaffeebohne geben mit 2,6-Dichlorchinonchlorimid eine Farbreaktion. Auf koffeinfreien Röstkaffees fehlen — im Gegensatz zu den koffeinhaltigen — diese Substanzen weitgehend. Es wird über eine einfache Überprüfung koffeinfreier Kaffees berichtet. In reinen Kaffeeaschen beträgt der Kaliumanteil meist nicht unter 40 %. Der Kaliumgehalt reicht vielfach zur Beurteilung der Reinheit von Kaffeezusätzen aus.

In 25 % wasserlöslichen Extraktstoffen aus Röstkaffee können mindestens 6,8 % Kalium angenommen werden. Für Röstkaffee ergeben sich daraus im Mittel 1,7 %. Unter Zugrundelegung dieses Wertes lässt sich auf einfache Weise die in Kaffee-Extraktpulvern vorliegende Röstkaffeemenge ungefähr errechnen.

Das Verhältnis aus Extrakt und Asche beträgt für normale Röstkaffee-Auszüge meist 6 bis 7 : 1. Bei Kaffee-Extraktpulvern werden Verhältniszahlen über 8 beobachtet. Die Mineralbestandteile sind ein weiteres Hilfsmittel für die Berechnung der in Röstkaffee-Extraktpulvern vorliegenden Röstkaffeemenge.

Röstkaffeeauszüge und Zubereitungen aus Kaffee-Extraktpulver unterscheiden sich in den durch Alkoholzusatz abscheidbaren gelblich-braunen Kaffeesubstanzen. Die Arbeitsweise wird beschrieben und Untersuchungsergebnisse werden mitgeteilt.

WURZIGER (J.). — **Contribución al análisis y apreciación del café tostado y del polvo de extracto de café.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 3, juil.-sept. 1963, p. 216-222, fig., réf.

Los soportes de cera de la pared externa del grano de café proporcionan una reacción coloreada con 2,6-diclorquinon - clorimida. Contrariamente al caso del café con cafeína, en un café tostado descafeinado, dichas sustancias están ausentes en importante proporción. En este estudio se relata un método sencillo de control de los cafés descafeinados. En cenizas puras de café, el porcentaje de potasio generalmente no es inferior al 40 %. El contenido de potasio es frecuentemente suficiente para apreciar la pureza de los extractos de café.

En un 25 % de los extractos solubles de café tostado, se puede admitir que hay por lo menos 6,8 % de potasio. Para un café tostado se deduce un porcentaje promedio del 1,7 %. Tomando este valor por base, se puede calcular de manera aproximada, sencillamente, la cantidad de café tostado presente en el polvo de extracto de café.

La relación extracto/ceniza es lo más frecuente para extractos normales de café tostado de 6 a 7/1. En el polvo de extracto de café, se observan relaciones superiores a 8. Los constituyentes minerales ofrecen un medio suplementario de calcular la cantidad de café tostado presente en el polvo de extracto de café tostado.

Los extractos de café tostado y las preparaciones de polvo de extracto de café se diferencian en las sustancias amarillo oscuro del café, separables por adición de alcohol. Se describe el método de trabajo y se ofrecen los resultados de los análisis.

LA DÉTERMINATION DE LA CAFÉINE DU CAFÉ ET DES MÉLANGES DE CAFÉ *

R. F. SMITH
Lyons Laboratories, Londres



INTRODUCTION

Bien qu'en Grande-Bretagne nous ne soyons pas de grands buveurs de café, la consommation de café s'est accrue ces dernières années et continue de s'accroître. En dehors du café pur, il y a une demande considérable de produits à base de café tels que le café pur instantané, les mélanges de café et de chicorée, les extraits liquides de café et de chicorée (avec du sucre) et les extraits secs de café et de chicorée (avec du glucose solide). Les extraits liquides et secs contiennent des quantités petites mais significatives de caféine ; la détermination de la caféine est nécessaire pour contrôler la fabrication et aussi pour s'assurer que le produit est conforme aux exigences légales. C'est ainsi que les extraits liquides de café doivent contenir au moins 0,50 % v/v (a) de caféine et les extraits liquides de café et de chicorée au moins 0,25 % v/v (1). Les mélanges de café et de chicorée (connus sous le nom de café français) doivent contenir au moins 51 % de café pur en poids ; les mélanges de café et de figes torréfiées (connus sous le nom de café viennois) doivent au moins contenir 85 % de café pur (2).

C'est pourquoi une méthode universelle était nécessaire pour déterminer la caféine du café, des produits à base de café, des mélanges contenant du café et des divers succédanés du café.

* Communication présentée en anglais.

(a) 0,50 g pour 100 cm^3 .

Les méthodes connues pour déterminer la caféine sont très nombreuses ; de nouvelles méthodes et des modifications de méthodes sont publiées très souvent. Les méthodes les plus anciennes exigent en général la préparation d'un extrait aqueux clarifié de l'échantillon, l'extrait ainsi obtenu subissant à son tour une extraction à l'aide de chloroforme en présence d'alcali. L'extrait au chloroforme, contenant la caféine, est alors évaporé jusqu'à ce qu'il soit sec et le résidu est pesé. Si le résidu est impur, il peut être décoloré avec du permanganate de potassium, être extrait à nouveau, reséché et pesé, ou bien sa pureté peut être vérifiée en déterminant sa teneur en azote. Cette dernière précaution est importante dans le cas où l'on détermine la caféine de cafés décaféinés, car le résidu de caféine à l'état brut peut contenir de l'azote différent de celui de la caféine. Dans certaines méthodes, la caféine est précipitée sous forme de periodure et est alors déterminée par colorimétrie.

Ces méthodes de détermination de la caféine ont été revues par P. NAVELLIER dans le volume II de « Les caféiers et les cafés dans le monde » de R. COSTE (3). Parmi celles-ci, les méthodes américaines de l'A. O. A. C. sont peut-être le plus fréquemment utilisées en Grande-Bretagne. Pendant quelque temps, nous avons employé dans nos laboratoires la méthode de POWER-CHESNUT, mais nous avons ensuite adopté la semi-micro méthode de BOWER, ANDERSON et TITUS (5), qui est plus rapide et donne des résultats qui concordent avec ceux obtenus par la méthode de POWER-CHESNUT.

La détermination spectrophotométrique de la caféine

Ces dernières années, les méthodes spectrophotométriques (6, 7, 8, 9, 10, 11) ont été plus fréquemment utilisées ; elles sont plus simples et plus rapides que les anciennes méthodes. Divers procédés sont employés pour préparer l'extrait chloroformique purifié, après quoi l'absorption est mesurée au point maximum d'absorption caractéristique de la caféine à 273 m μ (dans la solution aqueuse) ou à 276 m μ (dans la solution chloroformique). Nous avons d'abord examiné la méthode de ISHLER, FINUCANE et BORKER (6), mais nous avons trouvé que leur procédé pour enlever les substances gênantes des extraits en employant de la magnésie lourde, suivi par un traitement au ferrocyanure de zinc, enlèverait l'acide chlorogénique, mais n'enlèverait pas quantitativement la trigonelline. Comme la trigonelline a un maximum d'absorption à 266 m μ , donc voisin des 273 m μ de la caféine, elle gênait la détermination de cette dernière. Il a finalement été décidé d'utiliser une technique de clarification qui avait pour base celle de BOWER, ANDERSON et TITUS (5) et qui était aussi celle de BARBERA (11). Les extraits ainsi préparés contenaient à la fois de la caféine et de la trigonelline, et il a fallu les séparer en extrayant la caféine avec du chloroforme, la trigonelline restant dans la

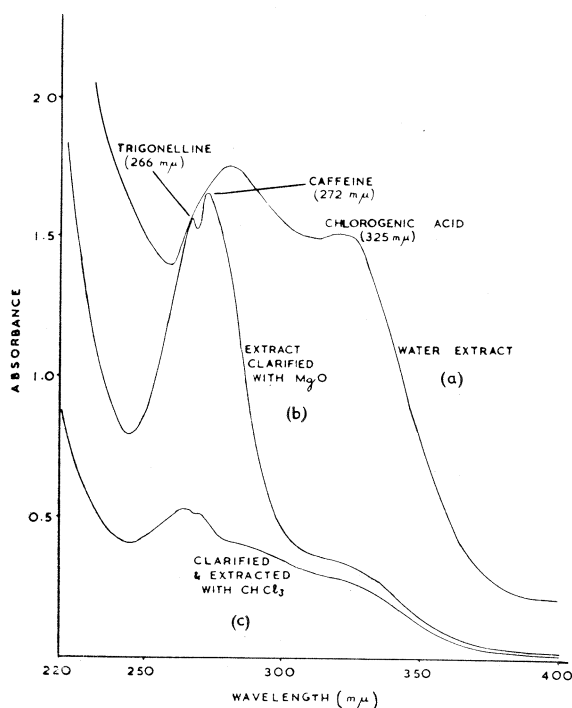


Fig. I. — Courbe d'absorption d'un extrait de café torréfié (0,1 %) absorption ↑ longueur d'onde (m μ) →

solution aqueuse. Le graphique I montre les courbes d'absorption d'un extrait de café torréfié (a), de cet extrait après clarification (b) et après extraction au chloroforme (c). Le chloroforme lui-même est un solvant qui ne convient pas aux mesures spectrophotométriques dans la zone U-V (il montre une légère absorption à 270 m μ , qui s'accroît rapidement, lorsque la longueur d'onde décroît) ; c'est pourquoi les pertes de solvant par évaporation pendant la préparation des solutions et les mesures spectrophotométriques peuvent conduire à des erreurs ; des pertes de caféine par volatilisation peuvent se produire si les extraits au chloroforme s'évaporent jusqu'à être secs et si les résidus sont dissous à nouveau dans l'eau. On a donc considéré qu'il était préférable de limiter toutes les mesures spectrophotométriques aux solutions aqueuses. A cette fin, une partie de l'extrait aqueux clarifié a été diluée dans l'eau et l'absorption de la solution mesurée à 273 m μ . Une autre partie du même extrait a été alors extraite à plusieurs reprises avec du chloroforme ; l'extrait au chloroforme contenant la caféine a été mis de côté, l'extrait aqueux qui restait a été dilué dans l'eau comme il convient et l'absorption a été mesurée à une longueur d'onde de 273 m μ . La teneur en caféine de l'échantillon a été alors calculée à partir du changement d'absorption après extraction au chloroforme (comme ce sera décrit plus loin).

Pour vérifier les résultats obtenus par la méthode spectrophotométrique, la caféine du premier extrait aqueux clarifié a été déterminée en l'extrayant au chloroforme et après évaporation du chloroforme en déterminant l'azote des matières extraites au chloroforme par une micro-détermination selon la méthode de KJELDAHL, comme dans la méthode originale de BOWERS, ANDERSON et TITUS. Les résultats des déter-

TABLEAU I
Teneur en caféine des échantillons de café

Echantillons	% Caféine		
	Semi-micro méthode de Kjeldahl	Méthode spectrophotométrique	
		Sans le traitement Al/Hg	Avec le traitement Al/Hg
Café torréfié 1	2,01	—	2,03
(Moyenne de 6 échantillons)			
Café torréfié 2	1,56	—	1,50
Café torréfié 3	1,25	1,43	1,30
Café torréfié décaféiné	0,04	0,32	0,07
Café vert (Colombie)	1,15	1,33	—
— (Kenya)	1,16	1,26	—
— (Ouganda)	1,98	2,15	—
— (Ghana)	2,03	2,22	—
— (Ghana)	2,23	2,42	2,34

minations de caféine des échantillons de café par les deux méthodes concordait d'une façon satisfaisante, mais la méthode spectrophotométrique a donné des résultats variables et élevés dans le cas d'échantillons de mélanges de café et de chicorée. La présence de substances dans la chicorée qui gênaient la détermination spectrophotométrique de la caféine a été aussi notée par LEE KUM-TATT (9), qui a trouvé qu'il était toujours nécessaire de déterminer les teneurs en azote des extraits au chloroforme obtenus à partir des mélanges de café et de chicorée.

Etude des substances perturbatrices de la chicorée torréfiée

On a trouvé que la courbe d'absorption d'un extrait clarifié de chicorée torréfiée présentait un maximum d'absorption à 282 m μ . Après extraction au chloroforme, ce maximum était abaissé, ce qui prouve que la substance perturbatrice était en partie soluble dans le chloroforme (graphique II). La réduction de l'absorption

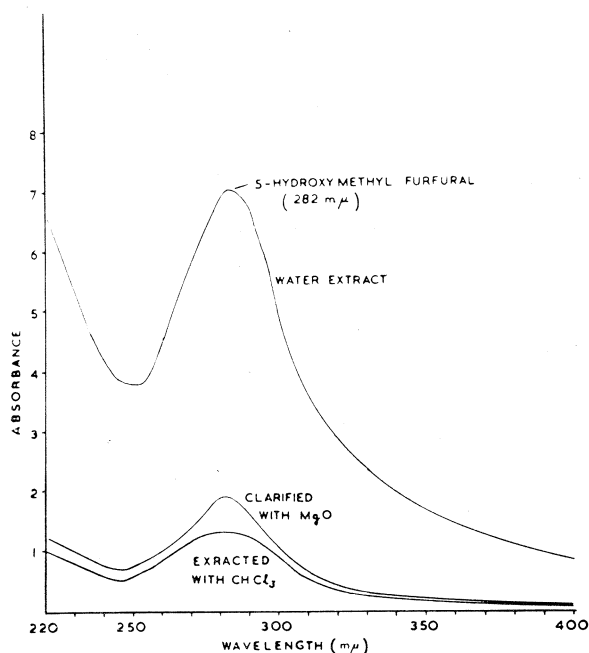


Fig. II. — Courbe d'absorption d'un extrait de chicorée torréfiée (0,1 % de solides solubles) absorption ↑ longueur d'onde (m μ) →

à 273 m μ était équivalente à une teneur apparente en caféine de 1,54 % dans la chicorée torréfiée, qui naturellement ne contient pas de caféine. Un extrait au chloroforme de chicorée torréfiée a été examiné par la chromatographie sur papier à deux dimensions, pour

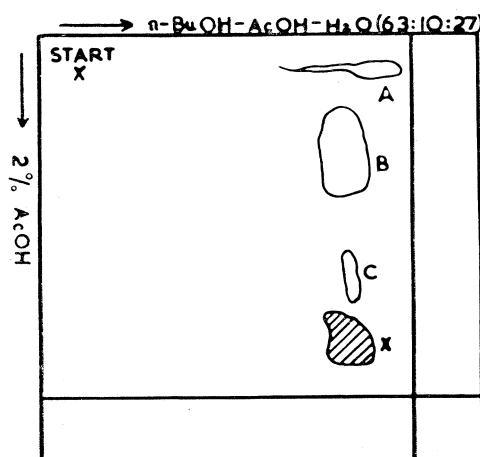


Fig. III. — Chromatogramme sur papier d'un extrait chloroformique de chicorée torréfiée

la première dimension avec un mélange n-butanol-acide acétique-eau (63-10-27), pour la seconde dimension avec une solution d'acide acétique à 2 % (figure III). La tache X a pris une couleur pourpre sombre quand on l'a examinée à la lumière ultra-violette et une couleur jaune à la lumière du jour, après une exposition à la vapeur d'ammoniac. Elle a, dans les deux dimensions, des valeurs de R_f semblables à celle du 5-hydroxyméthyl furfural et elle a donné d'autres réactions de couleur caractéristiques de ce dernier. Cette tache causait presque à elle seule l'absorption à 282 m μ de l'extrait au chloroforme. De cette façon, il a été établi que la teneur apparente en caféine de la chicorée torréfiée, et par conséquent les teneurs en caféine apparemment élevées des mélanges de chicorée et de café étaient surtout dues à la présence du 5-hydroxyméthyl-furfural dans les extraits clarifiés et à sa partielle solubilité dans le chloroforme produisant une diminution de l'absorption à 273 m μ .

Dans un rapport sur la détermination de la caféine des boissons non alcoolisées contenant de la caféine par la méthode d'absorption d'ultra-violet, J. B. WILSON (12) a trouvé qu'il y avait une valeur manquante, équivalent à 0,4 mg de caféine par 100 ml. Il était évident pour lui que cela était, au moins en partie, dû à la présence d'hydroxyméthyl-furfural dans le sirop au sucre interverti, utilisé dans la fabrication de la boisson.

Nous avons maintenant la preuve, grâce à l'utilisation de la chromatographie en couche mince sur du gel de silice, de dérivés du dinitro-2,4 phénylhydrazine d'extraits au chloroforme, que la chicorée torréfiée contient du furfural en plus de l'hydroxyméthyl-furfural ; le café torréfié contient aussi du furfural et une quantité inférieure d'hydroxyméthyl-furfural (figure IV). Ce dernier se forme par la décomposition des sucres d'hexose (ex. : le levulose produit à partir de l'inuline de la chicorée et du saccharose du café) et le furfural

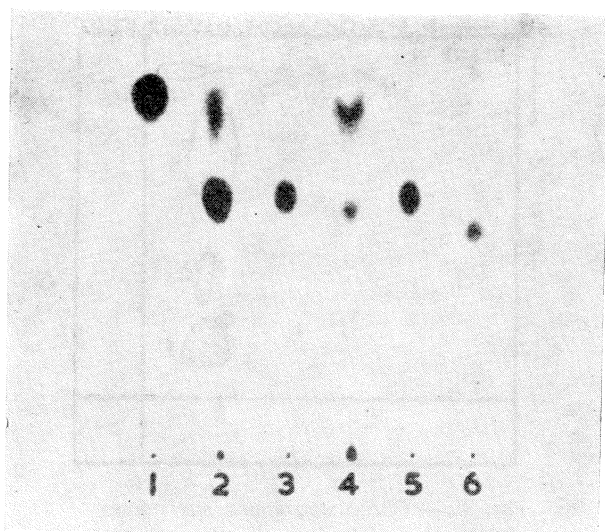


Fig. IV. - Chromatogramme en couche mince des 2,4-Dinitrophenyl hydrazones

1. — Furfural
2. — Chicorée torréfiée
- 3 et 5. — 5-Hydroxyméthyl-Furfural
4. — Café torréfié
6. — Réactif

se forme à partir des sucres de pentose (ex : l'arabinose produit à partir des pentosanes du café) (figure V).

L'hydroxyméthyl-furfural a maintenant été déterminé dans la chicorée torréfiée en préparant un extrait à l'eau froide et en effectuant une chromatographie sur papier, ce qui a complètement séparé la caféine de l'hydroxyméthyl-furfural ; puis on a procédé à une élution de ce dernier et l'on a mesuré l'absorption de l'éluat à 282 m μ . 1,1 % d'hydroxyméthyl-furfural a été trouvé dans la chicorée torréfiée et, par la même méthode, 0,16 % dans le café torréfié. REICHSTEIN et BEITTER (13) ont isolé 200 g d'hydroxyméthyl-furfural et 153 g de furfural de la fraction volatile, obtenue par distillation sous vide poussé, de 100 kg de chicorée torréfiée, les rendements étant équivalents respectivement à 0,2 % et 0,15 %.

On a recherché une méthode pour éliminer les substances gênantes des extraits clarifiés, et la réduction par un amalgame d'aluminium a été adoptée. Le maximum de l'absorption à 282 m μ dû à l'hydroxyméthyl-furfural a été presque complètement éliminé en chauffant une solution aqueuse pendant 30 mn à 100° C, en présence d'un amalgame d'aluminium (préparé en traitant une feuille d'aluminium avec une solution de chlorure mercurique). L'absorption due à la caféine n'a été que légèrement réduite (d'environ 5 %). Au total, les résultats des déterminations de la caféine des mélanges de chicorée et de café par la méthode spectrophotomé-

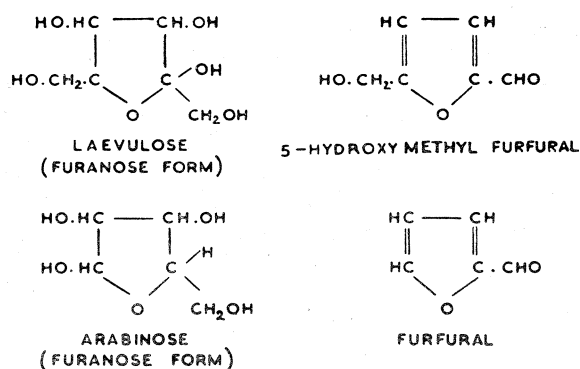


Fig. V. — Production de 5-hydroxyméthyl-Furfural et de Furfural à partir de sucres

trique modifiée et par la micro-méthode de KJELDAHL concordait d'une façon satisfaisante, comme on le montrera plus loin. La réduction avec un amalgame d'aluminium a donné, dans l'absorption à 273 m μ des extraits de café pur, des différences petites mais significatives, dues à la présence de petites quantités de furfural dans ces extraits.

Un examen préliminaire a été fait de l'application possible de cette méthode à la détermination de la caféine en présence de céréales torréfiées. A cette fin, un échantillon de succédané de café soluble instantané (de fabrication allemande), ne contenant pas de café et en conséquence pas de caféine, a été examiné. Un extrait a été clarifié avec de l'oxyde de magnésium et

TABLEAU II

Teneur en caféine de produits à base de café et de succédanés de café

Echantillons	% Caféine		
	Semi-micro méthode de Kjeldahl	Méthode spectrophotométrique	
		Sans le traitement Al/Hg	Avec le traitement Al/Hg
Café instantané 1	3,26	—	3,51
— 2	3,62	—	3,79
Café instantané décaféiné ..	0,60	0,63	0,48
Chicorée torréfiée	0,00	1,54	0,07
Mélange café chicorée (50/50)	0,68	—	0,74
Essence de café et de chicorée liquides 1	0,26	0,64	0,25
2	0,35	0,38	0,35
Extrait sec de café et de chicorée 1	0,43	1,36	0,47
avec hydrate de carbone 2	1,02	—	0,98
Succédané de café instantané (céréale torréfiée) ..	0,09	0,63	0,03

il a montré une absorption maximum à 282 $m\mu$, ce qui indique la présence d'hydroxyméthyl-furfural. La réduction de l'absorption à 273 $m\mu$ après extraction au chloroforme était équivalente à une teneur apparente en caféine de 0,63 %. L'extrait clarifié a ensuite été réduit avec un amalgame d'aluminium pour éliminer l'hydroxyméthyl-furfural, puis extrait au chloroforme, et la teneur appa-

rente en caféine a été ainsi réduite à un pourcentage aussi faible que 0,03 % (tableau II). Il serait donc possible de déterminer la caféine de mélanges de café et de céréales torréfiées si l'hydroxyméthyl-furfural, qui est un produit de décomposition de l'amidon, était éliminé par réduction par un amalgame d'aluminium. Ceci vaudrait la peine de poursuivre les recherches.

MÉTHODE

Le procédé employé pour déterminer la caféine du café (14) se présente comme suit :

On pèse 1 g de l'échantillon de café ou un poids convenable d'autres échantillons selon les teneurs probables en caféine, par exemple 2 g de mélanges de café, de café décaféiné et d'extraits secs de succédanés ; 5 g d'extraits liquides et 0,25 g de café instantané. On ajoute 3 g de magnésie lourde et 15 ml d'eau bouillante et on chauffe le mélange au bain-marie bouillant pendant au moins 10 mn. Le mélange est alors versé avec l'eau bouillante sur une colonne constituée par un mélange de magnésie lourde et d'une matière filtrante (par exemple la Celite) placée dans un tube filtre d'un Soxhlet comportant une plaque de verre fritté (figure VI) ;

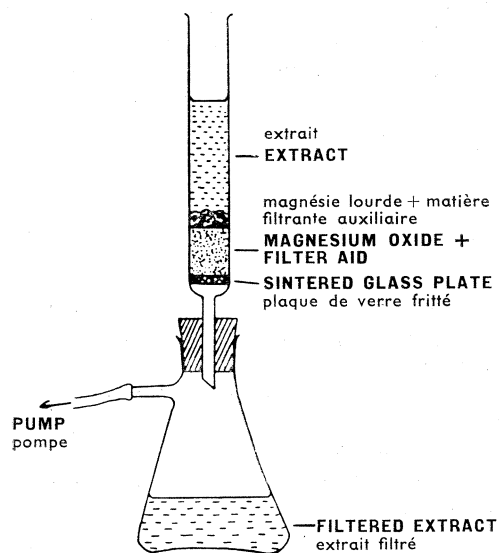


Fig. VI. — Appareil d'extraction

on poursuit l'élution de la colonne avec de l'eau bouillante jusqu'à ce que 150 ml d'éluat aient été collectés et on ajoute 5 ml d'acide sulfurique à 10 % v/v. Cette

solution est refroidie et diluée à 200 ml. 20 ml de cette solution est traitée avec un amalgame d'aluminium pendant 30 mn au bain-marie bouillant, puis elle est refroidie, filtrée (le filtrat doit être incolore) et diluée à 50 ml (solution A). 10 ml de la solution A sont dilués à 50 ml (solution B). 20 autres ml de la solution A sont extraits au chloroforme pour enlever la caféine ; les extraits au chloroforme sont mis de côté et on fait bouillir la solution aqueuse pour éliminer le chloroforme résiduel, puis on la laisse refroidir et on la dilue à 50 ml (solution C). La préparation des solutions est expliquée par la figure VII.

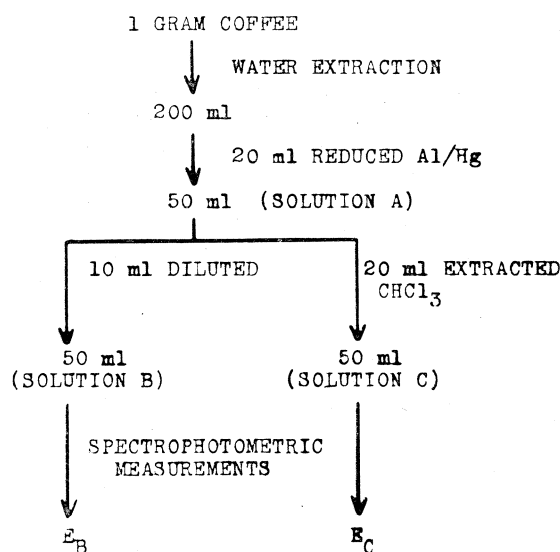


Fig. VII. — Préparation de solutions pour la détermination de la caféine

Les mesures spectrophotométriques de l'absorption sont faites, pour les solutions B et C, en corrigeant l'absorption par l'emploi du procédé de « ligne de base » (MORTON et STUBBS) (15) (figure VIII), en déduisant la moyenne des lectures à 250 $m\mu$ et 296 $m\mu$ (à savoir les

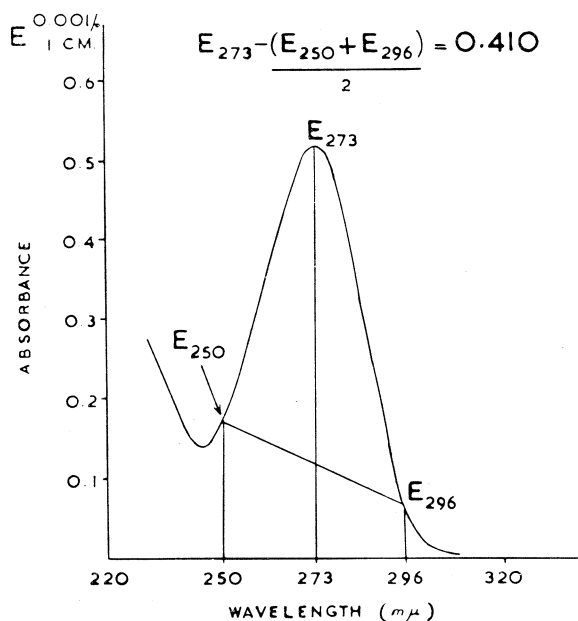


Fig. VIII. — Courbe d'absorption de la caféine (solution à 0,001 %) absorption ↑ longueur d'onde (mμ) →

longueurs d'onde sur les portions croissantes et décroissantes de la courbe d'extinction de la caféine, à intervalles égaux de part et d'autre du maximum qui était à 273 mμ sur le spectrophotomètre employé) de la lecture au maximum (273 mμ). La teneur en caféine de l'échantillon est calculée comme suit (figure IX) :

$$\% \text{ de caféine} = \frac{(2 E_B - E_C) \times 1250}{410 \times W}$$

E_B et E_C étant les valeurs de :

$$E_{273} - \frac{(E_{250} + E_{296})}{2}$$

pour les solutions B et C respectivement.

La valeur de cette formule pour une solution de caféine à 0,001 % est 0,410

W = poids de l'échantillon prélevé

Fig. IX. — Calcul de la teneur en caféine

Détermination de la caféine du café décaféiné

Tous les cafés décaféinés contiennent des traces résiduelles de caféine qui n'ont pas été extraites par le procédé de décaféination. Les limites supérieures de la teneur en caféine des cafés décaféinés sont fixées par

certaines pays, par exemple 0,15 % en Italie, 0,08 % aux Pays-Bas, en Belgique et en Allemagne et 0,05 % en France et au Luxembourg. Aux Etats-Unis et au Canada, il est nécessaire de spécifier le pourcentage de caféine enlevé (par exemple décaféiné à 97 %). La détermination de la caféine du café décaféiné présente cependant des difficultés. La semi-micro méthode de KJELDAHL peut donner des résultats élevés à cause de l'accroissement de la concentration relative de matières azotées autres que la caféine dans l'extrait au chloroforme. La méthode spectrophotométrique peut donner des résultats élevés à cause de l'accroissement de la concentration relative des substances interférentes ; c'est ainsi que BARBERA (11) a trouvé que la méthode spectrophotométrique convenait au café vert décaféiné, mais non au café torréfié décaféiné.

La caféine d'un échantillon allemand de café décaféiné a été déterminée par notre méthode qui a été publiée. La courbe d'absorption de l'extrait clarifié à l'oxyde de magnésium a montré un maximum prononcé de la trigonelline à 266 mμ, et un palier d'hydroxyméthyl-furfural à 282 mμ (figure X). Après extraction de l'extrait clarifié au chloroforme, la réduction de l'absorption indiquait une quantité apparente de caféine de 0,32 %, mais quand l'hydroxyméthyl-furfural a été éliminé par traitement avec un amalgame d'aluminium, on n'a trouvé que 0,07 % de caféine véritable (tableau I). Pour calculer ce dernier résultat, il n'a pas été possible d'appliquer la correction de « ligne de base » à cause de l'absence de maximum bien défini à 273 mμ. C'est pourquoi ce résultat a été obtenu à partir du changement d'absorption à 273 mμ après extraction au chloroforme en déduisant d'abord l'absorption à 400 mμ pour tenir compte de la petite absorption « du fond ». On a utilisé une valeur de 0,510 pour le $E_{0,001\%}^{1 \text{ cm}}$ de solution pure de caféine.

Résultats

On a déterminé la caféine de divers échantillons de café, de produits à base de café, de succédanés de café par la méthode spectrophotométrique proposée, ainsi que par la semi-micro méthode de BOWER, ANDERSON et TITUS. Le tableau I montre que les résultats obtenus par les deux méthodes pour les échantillons de café torréfié et de café décaféiné concordent, à condition que les extraits soient traités avec un amalgame d'aluminium.

Ce traitement n'a cependant pas été nécessaire pour les échantillons de café vert, qui ne contenaient pas d'hydroxyméthyl-furfural (figure XI), mais les résultats obtenus par la méthode spectrophotométrique étaient encore légèrement supérieurs à ceux obtenus par la semi-micro méthode de KJELDAHL. (Cette méthode a été utilisée pour déterminer la caféine du thé noir, en omettant aussi le traitement à l'amalgame d'aluminium, car le thé noir ne contient pas d'hydroxyméthyl-furfural).

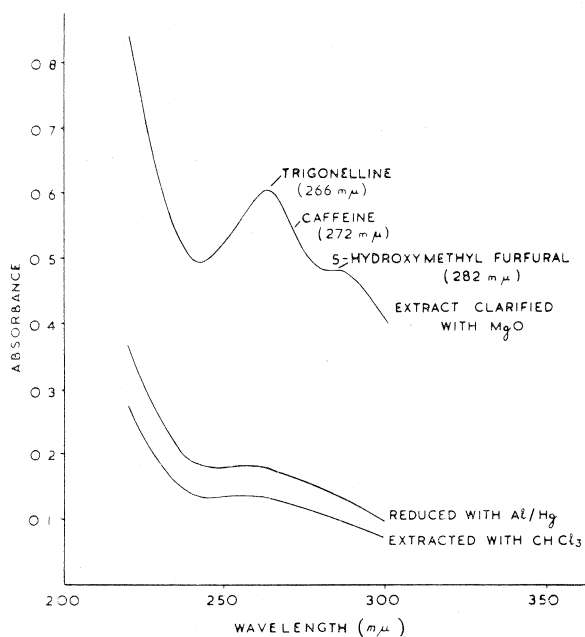


Fig. X.

Courbe d'absorption d'un extrait de café décaféiné (0,1 %) absorption ↑ longueur d'onde (mμ)

Le tableau II montre qu'à nouveau des résultats satisfaisants ont été obtenus pour des échantillons de produits manufacturés à base de café et de produits contenant des succédanés du café, à condition que l'interférence due à l'hydroxyméthyl-furfural ait été éliminée par le traitement à l'amalgame d'aluminium. Enfin, il semble qu'avec l'élimination de cette interférence la méthode spectrophotométrique convienne à la détermination de la caféine du café, des mélanges de café et de succédanés de café et en fait de tous les produits contenant de la caféine.

J'aimerais remercier le Dr D. I. REES pour son aide appréciable en ce qui concerne l'identification de l'hydroxyméthyl-furfural et du furfural de produits torréfiés et aussi en ce qui concerne la mise au point de la technique de l'élimination des interférences de ces substances pour déterminer la caféine.

Je dois aussi remercier le Dr J. H. BUSHILL, Ingénieur-chimiste en chef, et les directeurs de J. LYONS and Co. Ltd. pour m'avoir autorisé à divulguer les résultats de ces recherches.

SMITH (R.F.). — La détermination de la caféine du café et des mélanges de café. 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 223-230, fig., réf.

Une méthode spectrophotométrique convenant à la détermination de la caféine du café vert et du café torréfié, des extraits de café et des mélanges de café avec des succédanés comme la chicorée torréfiée, les céréales grillées est décrite. L'échantillon est extrait avec de l'eau bouillante, puis l'extrait est clarifié avec de l'oxyde de magnésium, et l'interférence due à l'hydroxyméthyl-

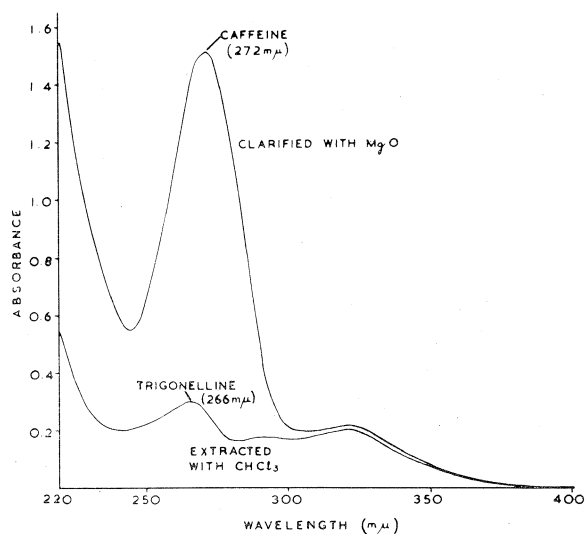


Fig. XI. — Courbe d'absorption d'un extrait de café vert (0,1 %) absorption ↑ longueur d'onde (mμ)

BIBLIOGRAPHIE

1. Food Standards (Liquid Coffee Essences) Order, 1945.
2. Food Standards (Coffee Mixtures) Order, 1952.
3. R. COSTE, Les caféiers et les cafés dans le monde, Vol. 1, 221 (Paris, 1959).
4. A. O. A. C. Methods of analysis, 9th Edition, 1960, 182.
5. R. S. BOWER, A. D. ANDERSON, R. W. TITUS, *Anal. Chem.*, 1950, **22**, 1056.
6. N. H. ISHLER, T. P. FINUÇANE, E. BORKER, *Anal. Chem.*, 1948, **20**, 1162.
7. G. MANNELLI, P. MANCHINI, J. A. O. A. C., 1961, **44**, 554.
8. L. POLZELLA, *Boll. Lab. Chim. Prov.*, 1961, **12**, 23.
9. LEE KUM-TATT, *Analyst*, 1961, **86**, 825.
10. J. LEVINE, *J. A. O. A. C.*, 1962, **45**, 254.
11. C. E. BARBERA, *Z. Lebens. Unters.*, 1962, **117**, 483.
12. J. B. WILSON, *J. A. O. A. C.*, 1958, **41**, 617.
13. T. REICHSTEIN, W. BEITER, *Berichte*, 1930, **63**, 816.
14. R. F. SMITH, D. I. REES, *Analyt.*, 1963, **88**, 310.
15. R. A. MORTON, A. L. STUBBS, *Analyst*, 1946, **71**, 348.

furfural et au furfural (qui sont des constituants des produits torréfiés) est éliminée en traitant l'extrait avec un amalgame d'aluminium. L'absorption est mesurée à 273 m μ , à la fois avant et après avoir enlevé la caféine de l'extrait aqueux clarifié avec du chloroforme. Une correction par le procédé de « ligne de base » est appliquée à chaque lecture, en déduisant la moyenne de l'absorption à 250 m μ et 296 m μ de l'absorption à 273 m μ pour obtenir le point maximum d'absorption de la caféine. La teneur en caféine de l'échantillon est alors calculée à partir de la diminution de l'absorption après avoir retiré la caféine. Les teneurs en caféine de différents échantillons de produits à base de café (comprenant le café décaféiné) ont été déterminées par cette méthode et concordent étroitement avec les résultats obtenus par une semi-micro méthode comprenant des déterminations, avec la méthode de Kjeldahl, de l'azote dans les extraits au chloroforme. La méthode spectrophotométrique est simple et très rapide.

SMITH (R. F.). — **The Determination of Caffeine in Coffee and Coffee Mixtures.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 3, juil.-sept. 1963, p. 223-230, fig., réf.

A spectrophotometric method suitable for the determination of caffeine in raw and roast coffee, coffee extracts, and mixtures of coffee with substitutes such as roasted chicory and roasted cereals, is described. The sample is extracted with boiling water, the extract clarified with magnesium oxide, and interference due to hydroxymethyl furfural and furfural — which are constituents of roasted products — is eliminated by treatment of the extract with aluminium amalgam. The absorbance is measured at 273 m μ , both before and after extraction of caffeine from the clarified water extract with chloroform. «Baseline correction» is applied to each reading by deducting the mean of the absorbances at 250 m μ and 296 m μ from the absorbance at 273 m μ , to obtain the height of the caffeine absorption peak. The caffeine content of the sample is then calculated from the decrease in absorbance after removal of caffeine. The caffeine contents of a variety of coffee products (including decaffeinated coffee) were determined by this method and agreed closely with the results obtained by a semi-micro method involving Kjeldahl determinations of nitrogen in the chloroform extracts. The spectrophotometric method is simple and very rapid.

SMITH (R. F.). — **Die Bestimmung des Coffeins im Kaffee und in Kaffeemischungen.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 3, juil.-sept. 1963, p. 223-230, fig., réf.

Es wird eine spektrophotometrische Methode zur Bestimmung des Coffeins im rohen Kaffee, im gerösteten Kaffee, in Kaffee-Extrakten und in Mischungen von Kaffee mit Ersatz wie gerösteter Zichorie bzw. gerösteten Getreidekörnern beschrieben. Die Probe wird mit kochendem Wasser ausgezogen, der Extrakt wird dann mit Magnesiumoxyd geklärt und die durch das Hydroxymethylfurfural und das Furfural (welches Bestandteile der Röstprodukte sind) entstehende Interferenz wird durch die Behandlung des Oxydes mit einem Aluminiumamalgam in Wegfall gebracht. Die Absorption wird bei 273 m μ gemessen, und zwar vor und nach Entfernen des Coffeins aus dem mit Chloroform geklärten wässrigen Extrakt. Bei jeder Messung erfolgt eine grundlegende Korrektur dadurch, dass aus der Absorption bei 273 m μ der Mittelwert der Absorption bei 250 m μ und bei 296 m μ abgezogen wird, um das Maximum der Absorption des Coffeins zu erfassen. Der Coffeingehalt verschiedener Proben von Kaffeeprodukten (einschliesslich koffeinfreien Kaffees) ist nach jener Methode bestimmt worden und stimmt gut mit den Ergebnissen überein, welche mit einer semi-mikro-Methode unter Bestimmung des Stickstoffs nach der Kjeldahl-Methode in Chloroform-Extrakten erhalten worden sind. Die spektrophotometrische Methode ist einfach und sehr schnell.

SMITH (R.F.). — **La determinación de la cafeína del café y de las mezclas de café.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 3, juil.-sept. 1963, p. 223-230, fig., réf.

Se describe un método espectrofotométrico para la determinación de la cafeína del café verde y del café tostado, de los extractos de café y de las mezclas de café con sucedáneos como la achicoria tostada, los cereales tostados. La muestra se obtiene con agua hirviendo, después el extracto se clarifica con óxido de magnesio y la interferencia debida al hidroximetil furfural y al furfural (que son constituyentes de los productos tostados) queda eliminada tratando el óxido con una amalgama de aluminio. La absorción se mide a 273 m μ , a la vez antes y después de quitar la cafeína del extracto acuoso clarificado con cloroformo. Se aplica una corrección por el procedimiento de « línea de base » a cada lectura deduciendo la media de la absorción a 250 m μ y 296 m μ de la absorción a 273 m μ para obtener el punto máximo de absorción de la cafeína. Se calcula entonces el contenido de cafeína de la muestra a partir de la disminución de la absorción después de retirar la cafeína. Los contenidos de cafeína de diferentes muestras de productos de base de café (que comprenden el café descafeinado) fueron determinados por este método y concordaban estrechamente con los resultados obtenidos por semi-micrométodo constituido por determinaciones, con el método de Kjeldahl, del nitrógeno de los extractos por cloroformo. El método espectrofotométrico es sencillo y muy rápido.

RECHERCHES PRÉLIMINAIRES SUR LES OLIGOSACCHARIDES ET LES POLYSACCHARIDES HYDROSOLUBLES DE LA GRAINE DU CAFÉ VERT (*COFFEA CANEPHORA*, VAR. *ROBUSTA*)

J. E. COURTOIS, F. PERCHERON, et J.-Cl. GLOMAUD
Laboratoire de Chimie Biologique, Faculté de Pharmacie, Paris

INTRODUCTION

La composition chimique des diverses espèces du genre *Coffea* est loin d'être connue de façon complète. Pour des raisons économiques, de très nombreux travaux furent consacrés à la teneur des graines de café en caféine, à la nature des combinaisons de cette substance chez le végétal, ou à l'étude des constituants contribuant à donner son arôme au café torréfié. Par contre, l'étude des glucides du café vert ou du café torréfié fut moins poussée et les résultats obtenus dans ce domaine sont encore fort imprécis, surtout en ce qui concerne les polysaccharides.



F. PERCHERON

Récemment, P. NAVELLIER (1) a publié une excellente revue générale de l'ensemble des travaux connus sur la composition chimique des cafés.

Rappelons simplement que HADORN et SUTTER (2) ont montré qu'on ne trouve pas d'oses libres, réducteurs, dans les semences de café si l'on élimine toute possibilité d'hydrolyse enzymatique du saccharose au cours des extractions. Le saccharose est en effet présent dans toutes les espèces étudiées (1) et a été considéré, jusqu'à maintenant, comme le seul oligosaccharide du café ; ceci est probablement dû au fait que les chimistes ont surtout étudié ce problème sous l'angle bromatologique, en effectuant des dosages du pouvoir réducteur des extraits aqueux, après hydrolyse du saccharose. Nous verrons plus loin comment nous avons pu mettre en évidence deux autres oligosaccharides dans les graines non torréfiées du *Coffea canephora*, var. *robusta*.

Les études concernant les polysaccharides du café sont encore très fragmentaires, et une certaine imprécision est notamment due au fait que la terminologie utilisée est très confuse, les divers auteurs appliquant les termes d'« hémicellulose » ou de « cellulose » à des composés qui doivent fréquemment correspondre à des mélanges plutôt qu'à des substances pures. Parmi les entités chimiques isolées, citons : des pentosanes, dans les espèces du Congo (L'HEUREUX, 3) ; des mannanes, signalées par LINDNER (4) dans une variété Santos ; une galactomannane (THALER, 5) ; une arabinogalactane et une mannane (WOLFROM, 6, 7,) dans *Coffea arabica*. Les procédés d'extraction sont d'ailleurs souvent difficilement comparables. Pour notre part, nous nous sommes bornés actuellement à l'étude de la fraction polysaccharidique hydrosoluble du *Coffea canephora*, ce qui nous a conduits à l'isolement de deux polysaccharides différents.

RÉSULTATS OBTENUS

Nous exposerons successivement nos premiers résultats concernant les oligosaccharides puis les polysaccharides.

I) Oligosaccharides

A) EXTRACTION

A partir de poudre fine, dégraissée, de graines de *Coffea canephora*, une extraction éthanolique suivie de défécation plombique conduit à un extrait incolore dépourvu de pouvoir réducteur sur la liqueur de Fehling (rendement : 5,67 g pour 100 g de poudre). La chromatographie sur papier confirme l'absence d'oses libres, mais trois constituants glucidiques sont révélés, dont les mobilités sont identiques à celles de témoins de :

saccharose : α -D-glucopyranosido (1 \rightarrow 2) β -D-fructofuranoside.

raffinose : α -D-galactopyranosido (1 \rightarrow 6) α -D-glucopyranosido (1 \rightarrow 2) β -D-fructofuranoside.

stachyose : α -D-galactopyranosido (1 \rightarrow 6) α -D-galactopyranosido (1 \rightarrow 6) α -D-glucopyranosido (1 \rightarrow 2) β -D-fructofuranoside.

La tache correspondant au saccharose est beaucoup plus intense que celles données par les deux autres glucides.

B) ISOLEMENT

La séparation de ces trois oligosaccharides s'avéra délicate, à cause de la disproportion entre les quantités de saccharose, d'une part, et les faibles quantités de raffinose et de stachyose d'autre part.

Nous avons tenté le fractionnement par filtration sur colonne de gel de dextrane (Sephadex G 25), mais la grosse quantité de saccharose présente a entraîné un chevauchement de ce disaccharide sur les fractions de tri et tétrasaccharides. Le fractionnement fut plus satisfaisant par la technique de JONES, WALL et PITTET (8) sur résines échangeuses d'ions (Dowex 50). Nous avons pu obtenir de petites quantités de raffinose et de stachyose, homogènes à la chromatographie sur papier, mais malgré des essais variés, nous n'avons pu faire cristalliser ces corps.

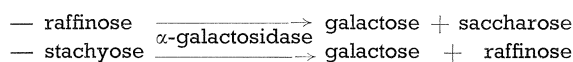
C) IDENTIFICATION

Les mobilités chromatographiques du tri et du tétrasaccharide dans plusieurs mélanges solvants sont égales

à celles du raffinose et du stachyose, mais nous avons confirmé l'identité de ces deux oligosaccharides par voie biochimique.

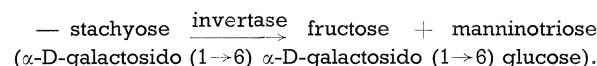
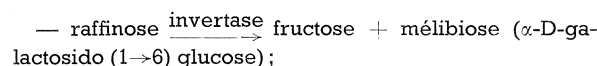
Ces deux substances font partie de la famille des galactosides du saccharose (FRENCH, 9 ; COURTOIS, 10), et, comme tels, ils sont hydrolysés par les α -galactosidases.

Nous avons fait agir sur ces galactosides l' α -galactosidase des semences germées de Fenugrec (COURTOIS et PERCHERON, 11) et, après hydrolyse enzymatique, nous avons observé les résultats suivants, vérifiés par chromatographie :



(dans un second temps, le raffinose provenant du stachyose est scindé lui aussi en galactose et saccharose).

D'autre part, en tant que β -fructosides, ces deux oligosaccharides sont hydrolysés par l'invertase (β -fructosidase) selon le schéma :



Ces hydrolyses furent effectivement vérifiées par chromatographie sur papier.

Ces résultats nous permettent donc de conclure à la présence, à côté du saccharose, de raffinose et de stachyose dans les graines de *Coffea canephora*. Le saccharose est, en quantité, le plus important des oligosaccharides ; le dosage ultérieur nous indiquera quelle est la proportion de raffinose et de stachyose par rapport au saccharose.

II) Polysaccharides

Le résidu provenant de l'extraction des oligosaccharides fut traité ensuite pour l'extraction des polysaccharides.

A) POLYSACCHARIDE EXTRAIT PAR L'EAU FROIDE : GLUCO-GALACTOMANNANE

Le marc provenant de l'extraction précédente fut épuisé par l'eau froide, sous agitation constante ; après concentration, précipitation par l'éthanol et purification, on a obtenu une poudre blanche soluble dans l'eau :

— rendement : 2,52 g pour 100 g de poudre traitée.

L'hydrolyse sulfurique totale de ce polysaccharide libère 3 oses différents, que la chromatographie sur papier révèle être le glucose, le galactose et le mannose. Il s'agit donc, selon toute vraisemblance, d'une glucogalactomannane ; la faible quantité obtenue jusqu'alors ne nous a pas encore permis l'étude de la structure de ce glucide.

B) POLYSACCHARIDE EXTRAIT PAR L'EAU BOUILLANTE : ARABINO GALACTANE

L'extraction par l'eau, au bain-marie bouillant, du résidu de l'extraction précédente conduit, après concentration, précipitation par l'éthanol et purification poussée, à un produit blanchâtre, pulvérulent, de pou-

voir rotatoire $(\alpha)_D = -12^{\circ},8$. (Rendement : 4,305 g pour 100 g de poudre).

L'hydrolyse sulfurique totale montre la libération d'arabinose et de galactose : il s'agit donc d'une arabinogalactane. Après hydrolyse, séparation chromatographique sur papier et élution, le dosage des deux oses libérés (voir partie expérimentale) montre que ce polysaccharide contient 1 molécule d'arabinose pour 3,2 molécules de galactose.

L'étude de la structure de cette arabinogalactane est en cours ; les essais d'hydrolyse partielle par l'acide sulfurique ou l'acide oxalique ne permettent pas de libérer complètement l'arabinose ; on voit apparaître dès le début de l'hydrolyse l'arabinose et le galactose et il ne semble pas possible d'obtenir par cette voie une galactane, comme cela a été réalisé sur les arabinogalactanes des conifères (12).

DISCUSSION

Le saccharose, presque universellement répandu chez les végétaux, est certes l'oligosaccharide le plus important des graines de café ; mais la découverte de deux oligosaccharides supérieurs, le raffinose et le stachyose, permet d'ajouter la famille des rubiacées aux nombreuses familles végétales où ces glucides ont été décelés : labiacées, scrofulariacées, légumineuses, conifères, monocotylédones diverses (10). A vrai dire, il n'est guère étonnant de retrouver des galactosides du saccharose dans la graine du café ; cette graine est en effet une source classique d' α -galactosidase (HELPERICH, 18), enzyme pour lequel ces galactosides constituent d'excellents substrats.

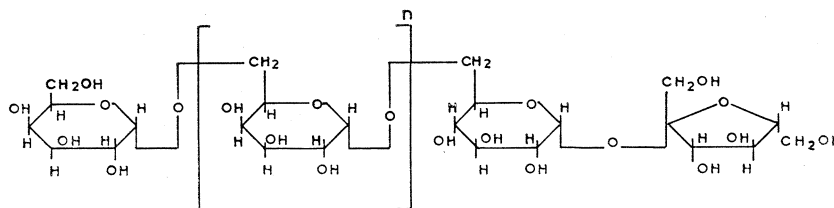
Ces oligosaccharides répondent à la formule générale, donnée en bas de page, où $n = 0$ pour le raffinose, et $n = 1$ pour le stachyose. Il n'est pas exclu qu'une étude plus poussée ne permette la mise en évidence d'oligosaccharides supérieurs de la même série, où n serait supérieur à 1 : verbascose, ajugose, etc..., comme cela a été fait pour le *Verbascum thapsiforme* (scrofulariacées) ou l'*Ajuga nipponensis* (labiacées) (COURTOIS, 10).

En ce qui concerne les polysaccharides, le problème est plus complexe. Les glucogalactomannanes ont été peu étudiées jusqu'à maintenant.

Les arabinogalactanes, rencontrés principalement

chez les conifères, ont fait l'objet de nombreux travaux d'auteurs scandinaves (13 et 14) ou canadiens (15, 16, 17). Chez ces conifères, il semble qu'en général la structure des arabinogalactanes puisse être schématisée ainsi : une chaîne centrale d'unités galactoses reliées en $(1 \rightarrow 3)$ ou $(1 \rightarrow 6)$ porte des branchements latéraux, constitués soit d'unités galactoses, soit d'unités arabinoses ; les unités d'arabinose branchées sont sous forme furanique, ce qui permet leur hydrolyse facile et leur libération par les acides dilués, ou sont constituées par de courtes chaînes à 2 unités d'arabinose, ce qui est montré par l'obtention d'arabinopyranosido-arabinose. Nos premiers essais d'hydrolyse partielle semblent nous indiquer qu'il n'en est pas de même pour l'arabinogalactane du café, puisque l'arabinose n'est pas libéré sélectivement au cours d'une hydrolyse ménagée. L'étude de la méthylation de cet arabinogalactane et de ses produits d'hydrolyse partielle nous permettra de vérifier si les unités d'arabinose sont, ou non, incluses dans la chaîne d'unités galactoses.

Nos travaux ont été réalisés sur le café vert ; il sera intéressant d'effectuer des essais comparables sur le café torréfié pour voir dans quelle mesure le chauffage du café altère les oligo et les polysaccharides, substances qui apportent peut-être leur contribution dans le développement de l'arôme du café.



Formule générale des oligosaccharides

PARTIE EXPÉRIMENTALE

I) Oligosaccharides

A) EXTRACTION

Après broyage des graines de café, la poudre tamisée (tamis AFNOR, n°26) est délipidée par agitation avec du benzène, essorée et séchée ; l'agitation avec de l'acétone renfermant 10 % d'eau élimine une partie des tanins. La poudre sèche est ensuite traitée trois fois (500 ml d'éthanol à 70 % pour 100 g de poudre) pendant 2 h à l'ébullition à reflux au bain-marie. Après filtration, les liquides extractifs sont réunis, concentrés sous pression réduite pour éliminer l'alcool. La phase aqueuse obtenue est additionnée d'acétate basique de plomb, par petites portions jusqu'à fin de précipitation ; après centrifugation, le liquide surnageant est additionné d'acide sulfurique dilué pour éliminer l'excès de plomb. Après filtration, on obtient une solution contenant les oligosaccharides qu'on évapore à sec. Rendement : 5,67 g %.

B) CHROMATOGRAPHIE SUR PAPIER

Une petite partie du résidu contenant les oligosaccharides est dissoute dans très peu d'eau et soumise à la chromatographie descendante sur papier Whatman n° 3 ; phase mobile : n-butanol-pyridine-eau (9-5-4 volumes), durée 24 h. Révélation par réactif contenant : β -naphtylamine 0,1 g, thymol 1 g, éthanol à 95° 150 ml, acide phosphorique 2 ml ; chauffage à l'étuve à 100°-105° pendant 10 mn.

Les oligosaccharides apparaissent sous forme de taches jaunes brunâtres sur fond blanc ; trois taches sont révélées, de migration identique à celle de trois témoins de saccharose, raffinose, stachyose placés sur le même chromatogramme.

C) SÉPARATION PAR CHROMATOGRAPHIE SUR COLONNE

Colonne de résine Dowex 50-X2, 200-400 mesh, sous forme Li⁺ (8) ; colonne de 130 cm de hauteur et 1,2 cm de diamètre. Une solution aqueuse concentrée d'oligosaccharides est introduite à la partie supérieure de la colonne et on élue ensuite par de l'eau distillée en recueillant les éluats avec un collecteur automatique de fractions. Les fractions sont concentrées et testées par chromatographie sur papier.

Schéma des éluations ; premier passage ; fractions de 10 ml.

Tubes n° 41 à 44 : stachyose,

— n° 45 à 46 : stachyose + raffinose,

— n° 47 à 50 : stachyose + raffinose + saccharose,

— n° 51 à 54 : raffinose + saccharose,

— n° 55 à 66 : saccharose.

Deux nouveaux passages de fractions intermédiaires permettent d'achever la séparation. Les fractions de compositions identiques sont évaporées à sec. Les essais de cristallisation ont été infructueux pour le stachyose et le raffinose (vraisemblablement par suite des faibles quantités obtenues).

Hydrolyses enzymatiques :

a) Par l' α -galactosidase de Fenugrec : la solution concentrée des oligosaccharides du café, séparés au cours de l'opération précédente, est traitée de la façon suivante, dans un tube à hémolyse :

solution d'oligosaccharide V gouttes
tampon acétique, pH 4,6 II —
solution d' α -galactosidase du Fenugrec... II —

On laisse en contact au bain-marie à 37° pendant 2 h.

Parallèlement, on traite de façon identique deux solutions-témoins de raffinose et de stachyose.

Les témoins, les deux milieux réactionnels, ainsi que des solutions de référence de saccharose et de raffinose sont chromatographiés sur papier Arches 304, avec le solvant : n-butanol-pyridine-eau (9-5-4 volumes) ; durée du développement : 36 h. Après révélation par le réactif à la β -naphtylamine-thymol (voir ci-dessus), on constate que les deux oligosaccharides du café se comportent respectivement comme le raffinose et le stachyose témoins : le raffinose donne 2 produits d'hydrolyse, le galactose et le saccharose ; le stachyose donne 3 produits d'hydrolyse, galactose, raffinose et saccharose.

b) Par l'invertase (β -fructofuranosidase) : les deux oligosaccharides extraits du café sont traités comme ci-dessus, en remplaçant la solution d' α -galactosidase par une solution d'invertase commerciale dépourvue de galactosidase.

Par chromatographie sur papier dans les mêmes conditions, en présence d'un témoin de fructose, on constate que :

Les deux oligosaccharides du café se comportent là encore comme le raffinose et le stachyose.

— Le raffinose conduit à deux produits d'hydrolyse : fructose et mélibiose [α -D-galactosido (1 \rightarrow 6) glucose].

— Le stachyose donne deux produits d'hydrolyse : fructose et mannitriose [α -D-galactosido (1 \rightarrow 6) α -D-galactosido (1 \rightarrow 6) glucose].

II) Polysaccharides

A) GLUCOGALACTOMANNANE

Le marc provenant de l'extraction des oligosaccharides est agité avec 5 fois son poids d'eau distillée, à température ordinaire, pendant 24 h ; l'opération est renouvelée une fois et les liquides extractifs sont réunis, filtrés et concentrés sous pression réduite à température inférieure à 60°. L'extrait ainsi concentré est versé dans quatre fois son volume d'éthanol à 95°. Après 24 h de repos le précipité est recueilli par centrifugation. On répète 7 fois les dissolutions dans l'eau, suivies de précipitations par l'alcool, en alternant avec une ou deux dialyses contre de l'eau distillée. On obtient finalement un produit blanc qui, après lavage à l'éthanol et à l'acétone, est séché sous vide phosphorique.

Rendement : 2,52 g %.

Hydrolyse acide totale : une solution de polysaccharide dans l'acide sulfurique 2 N est placée, en ampoule scellée, au bain-marie bouillant pendant 6 h. Après refroidissement, l'hydrolysate est neutralisé par le carbonate de baryum, centrifugé et évaporé à sec ; après reprise par 1 ml d'eau distillée, l'hydrolysate est chromatographié sur papier, dans les conditions déjà décrites, en même temps que divers témoins ; oses révélés : glucose, galactose, mannose.

B) ARABINOGALACTANE

Le marc de l'extraction précédente est repris par cinq fois son poids d'eau et maintenu au bain-marie bouillant pendant 2 h. Après une autre opération identique, les extraits aqueux, filtrés sont concentrés sous pression réduite, puis versés par petites fractions dans trois volumes d'éthanol à 95° ; on ajoute quelques gouttes de solution saturée de chlorure de sodium pour faciliter la précipitation du polysaccharide ; après repos de 12 h, on centrifuge et recueille un précipité brunâtre.

La purification comporte les stades suivants : mise en solution, centrifugation pour éliminer diverses impuretés peu solubles, dialyse pendant 24 h contre de l'eau distillée et précipitation alcoolique (opérations effectuées trois fois successivement). Enfin purification par complexe cuprique : le polysaccharide est précipité de sa solution aqueuse par de l'éthanol renfermant 10 % d'HCl. On centrifuge, redissout le culot dans l'eau distillée et ajoute une solution d'acétate de cuivre à 7 % et simultanément de l'éthanol.

Un complexe cuprique du polysaccharide coloré en bleu apparaît ; après séparation de ce précipité, on le décompose rapidement (en refroidissant dans l'eau glacée) par addition d'éthanol chlorhydrique à 7 %. Le précipité de polysaccharide est lavé à l'éthanol jusqu'à disparition complète des chlorures, puis à l'acétone et séché sous vide phosphorique.

Rendement : 4,30 %.

Poudre blanche soluble dans l'eau (α)_D = - 12° 8.

Hydrolyse acide totale par acide sulfurique 2 N, comme décrit plus haut, chromatographie de l'hydrolysate : mise en évidence d'arabinose et galactose.

Sur un chromatogramme non révélé, on découpe l'emplacement des oses, élue ces derniers et les dose dans l'éluat par comparaison à une gamme-étalon d'arabinose et de galactose en utilisant la méthode colorimétrique au phénol-acide sulfurique de DUBOIS et SMITH (19).

Résultat : une molécule d'arabinose pour 3,2 molécules de galactose.

* * *

Nous adressons tous nos remerciements à M. COSTE et à M. NAVELLIER, de l'Institut Français du Café, qui nous ont aimablement procuré la poudre de café nécessaire pour ce travail.

BIBLIOGRAPHIE

1. NAVELLIER, P. — Chimie du café, dans : « Les caféiers et les cafés dans le monde » par R. COSTE, Ed. Larose Paris, 1959.
2. HADORN, H. et SUTTER, H. — Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène — Service fédéral de l'hygiène publique, Berne 1956, **47**, 1.
3. L'HEUREUX, L. — *Journal d'Agriculture Coloniale*, 1953, Gembloux, 241-255.
4. LINDNER M. W. — *Warenkunde und Untersuchung von Kaffee* ; Verlag A. W. Hayn's Erben 1955, Berlin.
5. THALER, H. — *Zeitsch. Lebens Unters.*, 1957, **106**, 128.
6. WOLFROM, M. L., PLUNKETT, R. A. et LAVER, M. L. — *Agriculture and Food Chemistry*, 1960, **8**, 58.
7. WOLFROM, M. L., LAVER, M. L. et PATIN, D. L. — *Journal of organic chemistry*, 1961, **26**, 4.533-5.
8. JONES, J. K. N., WALL, R. A., et PITTEY, A. O. — *Canadian Journal of Chemistry*, 1960, **38**, 2285.
9. FRENCH, D. — *Advances in Carbohydrates Chemistry*, 1954, **9**, 149.
10. COURTOIS, J. E. — *Bulletin de la Société de Chimie Biologique*, 1960, **42**, 1451.
11. COURTOIS, J. E. et PERCHERON, F. — *Bulletin de la Société de Chimie Biologique*, 1961, **43**, 167.
12. ASPINALL, G. O. — *Advances in Carbohydrates Chemistry*, 1959, **14**, 429.
13. BOUVENG, H. O. — *Acta Chemica Scandinavica*, 1959, **13**, 1869.
14. BOUVENG, H. O., et LINDBERG, B. — *Acta Chemica Scandinavica*, 1958, **12**, 1977.
15. ADAMS, G. A. — *Canadian Journal of Chemistry*, 1960, **38**, 280.
16. ADAMS, G. A. et BISHOP, C. T. — *Canadian Journal of Chemistry*, 1960, **38**, 2380.
17. BRASCH, D. J. et JONES, J. K. N. — *Canadian Journal of Chemistry*, 1959, **37**, 1538.
18. HELFERICH, B. et VORSATZ, E. — *Z. Physiol. Chem.*, 1935, **237**, 254.
19. DUBOIS, M., GILLES, K. A., HAMILTON, J. K., REBERS, P. A. et SMITH, F. — *Analyt. Chem.*, 1956, **28**, 350.

DISCUSSION

M. THALER : Il y a quelques années, j'ai trouvé dans les fèves de cacao, les noix de coco, les noisettes, les arachides le saccharose toujours associé au raffinose et au stachyose. Le professeur TÄUFEL a fait des recherches sur des extraits de nombreuses plantes et a trouvé des résultats semblables ; il parle de la « famille raffinose ».

On pouvait donc s'attendre à ce que dans le café vert, le saccharose soit aussi associé aux deux autres oligo-saccharides. Les résultats de M. PERCHERON sont très intéressants du point de vue de la biochimie.

COURTOIS (J.E.), PERCHERON (F.), GLOMAUD (J.C.). — **Recherches préliminaires sur les oligosaccharides et les polysaccharides hydrosolubles du café vert (*Coffea canephora*, var. *robusta*)**. 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 231-236, réf.

Comme premiers résultats de leurs recherches sur les glucides des semences du café vert (*Coffea canephora*, var. *robusta*), les auteurs décrivent l'extraction, à côté du saccharose, de deux galactosides du saccharose : le raffinose et le stachyose, identifiés par chromatographie et par voie biochimique (hydrolyse par une α -galactosidase et par une β -fructosidase).

L'extraction aqueuse a conduit à l'isolement de deux polysaccharides : une glucogalactomannane, extraite à l'eau froide, et un arabinogalactane extrait par l'eau bouillante, contenant 1 molécule d'arabinose pour 3,2 molécules de galactose. Une discussion est amorcée sur les possibilités de structure de ce polysaccharide, dont l'étude sera poursuivie ultérieurement.

COURTOIS (J.E.), PERCHERON (F.), GLOMAUD (J.C.). — **Preliminary report on water-soluble oligosaccharides and polysaccharides of green coffee (*Coffea canephora*, var. *robusta*)**. 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 231-236, réf.

As preliminary results of their investigations on glucides in coffee beans (*Coffea canephora*, var. *robusta*), the authors report the isolation, beside saccharose, of two galactosides of saccharose : raffinose and stachyose, which were identified by paper chromatography and by biochemical means (hydrolysis with α -galactosidase and β -fructosidase).

From aqueous extracts, two polysaccharides were isolated : a glucogalactomannan, extracted with cold water, and an arabinogalactan, extracted with boiling water ; the latter contains one molecule of arabinose for 3,2 molecules of galactose. A discussion on the possible structure of this polysaccharide is initiated, the study of which will be undertaken at a later date.

COURTOIS (J.E.), PERCHERON (F.), GLOMAUD (J.C.). — **Vorläufige Untersuchungen über die wasserlöslichen Oligo- und Polysaccharide des Rohkaffees (*Coffea canephora* var. *robusta*)**. 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 231-236, réf.

Als erste Ergebnisse ihrer über die Glucoside der grünen Kaffeesamen (*Coffea canephora* var. *robusta*) Untersuchungen beschreiben die Verfasser neben derjenigen der Saccharose die Extraktion von zwei Galaktosiden der Saccharose : die Raffinose und die Stachyose, welche chromatographisch und biochemisch erkannt worden sind (Hydrolyse durch eine α -Galactosidase und eine β -Fructosidase).

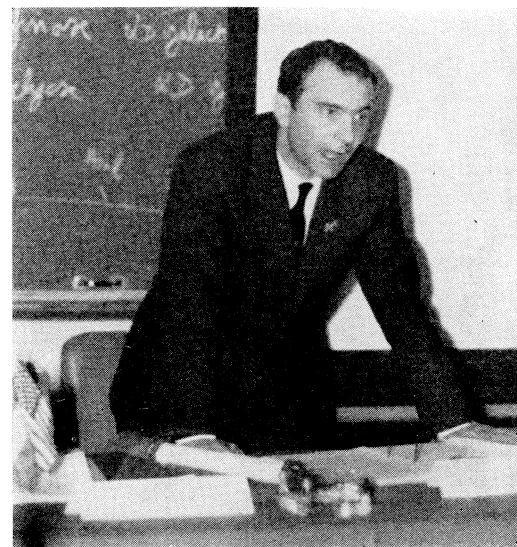
Die wässrige Extraktion hat die Isolierung von zwei Polysacchariden ermöglicht : einer mit kaltem Wasser ausgezogenen Glucogalactomannane und einer mit kochendem Wasser extrahierten und 1 Molekül Arabinose auf 3,2 Moleküle Galaktose enthaltenden Arabinogalaktane. Es wird eine Diskussion angeknüpft über die möglichen Strukturen dieses Polysaccharides dessen Untersuchung später weitergeführt wird.

COURTOIS (J.E.), PERCHERON (F.), GLOMAUD (J.C.). — **Investigaciones preliminares sobre los oligosacáridos y polisacáridos hidrosolubles del café verde (*Coffea canephora*, var. *robusta*)**. 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 231-236, réf.

Como primeros resultados de sus investigaciones sobre los glúcidos de las simientes del café verde (*Coffea canephora*, var. *robusta*), los autores describen la extracción, al lado de la sacarosa, de dos galactosidas de la sacarosa : la raffinosa y la estaquiosa, identificadas por cromatografía y por vía bioquímica (hidrólisis por una α -galactosidasa y por una β -fructosidasa).

La extracción acuosa ha llevado al aislamiento de dos polisacáridos : una glucogalactomanana, extraída por agua fría, y una arabinogalactana extraída al agua hirviendo, que contiene 1 molécula de arabinosa por 3,2 moléculas de galactosa. Se inicia un debate sobre las posibilidades de estructura de este polisacárido cuyo estudio se proseguirá posteriormente.

NOUVELLE MÉTHODE RAPIDE DE DOSAGE DE LA CAFÉINE DANS LES EXTRAITS DE CAFÉ DÉCAFÉINÉ *



F. ALBANESE

Laboratoire Central de la Société HAG, Brême

On appelle « extrait de café » la fraction des constituants solubles dans l'eau, obtenue par lessivage du café torréfié moulu à une température d'environ 100° C.

Cette solution aqueuse des constituants du café est, après le lessivage, transformée en poudre par un procédé de séchage et offerte sous cette forme au consommateur dans le commerce.

Un extrait de café contient « approximativement » (a) les constituants suivants :

Acide chlorogénique	environ	10,0 %
Caféine	—	4,0 %
Trigonelline	—	2,5 %
Tannins	—	8,0 %
Matières grasses	—	0,5 %
Substances azotées	—	14,0 %
Hydrates de carbone	—	45,0 %
Sels minéraux	—	14,0 %
Eau	—	2,0 %

On appelle « extrait de café décaféiné » un extrait de café ayant la même composition que celle indiquée ci-dessus, mais dont la teneur en caféine est au maximum

(a) Ces valeurs ont été obtenues à partir de la littérature et de nos propres analyses qui ne sont pas encore complètement terminées.

* Communication présentée en allemand, reprise d'une étude précédemment publiée dans *Deutschen-Lebensmittel-Rundschau*.

de 0,32 %. Cette quantité de caféine n'est pas donnée par l'ordonnance sur le café, mais est admise comme règle générale par les fabricants d'extraits de café qui prennent pour base les définitions légales relatives à la teneur en caféine du café torréfié décaféiné.

Cette règle est fondée sur l'hypothèse suivante :

A partir de 100 g de café torréfié, on obtient environ 25 g d'extrait de café. Un café torréfié peut contenir au maximum 0,08 % de caféine, d'où on en déduit pour un extrait de café décaféiné une quantité maximum de 0,32 % de caféine. Cette hypothèse fut amplement confirmée par la pratique en utilisant effectivement du café torréfié décaféiné pour l'obtention d'extrait de café décaféiné.

Aucune méthode spécifique pour le dosage de la caféine dans les extraits de café n'a été publiée dans la littérature sur le café. Les méthodes utilisées jusqu'ici par les chercheurs (1) et les experts officiels en République fédérale et dans les autres pays européens sont, avec ou même sans modifications, les mêmes que celles employées pour le dosage de la caféine dans le café torréfié décaféiné. Ces méthodes nécessitent souvent beaucoup de temps, sont compliquées et n'indiquent généralement pas de faibles valeurs de caféine.

Cet état de choses doit, entre autres, être attribué au fait que, d'une part dans le cas du café torréfié décaféiné, le lessivage de quantités de caféine extrêmement faibles hors de la texture cellulosique et riches en matières grasses du matériel analysé est très difficile et que, d'autre part, il est nécessaire d'utiliser une série de

réactifs de purification pour éliminer les composants gênants se trouvant dans la solution ou en suspension.

Dans un extrait de café décaféiné, les quantités de caféine sont relativement plus grandes que dans un café torréfié décaféiné et, de plus, les constituants gras et celluloseux, difficilement lessivables, sont absents. Partant de cette constatation, nous pouvons conclure que dans les méthodes utilisées jusqu'ici pour les extraits de café décaféiné on employait un temps de lessivage trop long et de trop nombreux réactifs, ce qui d'une part augmentait la durée d'analyse et d'autre part provoquait des pertes de caféine par inclusion et absorption.

Afin de supprimer cet inconvénient, nous avons mis au point une nouvelle méthode rapide de dosage de la caféine, basée sur le principe suivant :

Les substances de remplissage gênantes sont éliminées de la solution d'extrait de café contenant la caféine à l'aide d'oxyde de magnésium par voie chimique et physique et traitement à la chaleur. De la solution purifiée, on extrait ensuite la caféine au moyen de chloroforme en milieu acide. Après évaporation de chloroforme, on détermine la quantité de caféine du résidu par dosage de l'azote selon KJELDAHL.

L'addition d'oxyde de magnésium empêche la formation d'émulsion lors de l'extraction au chloroforme à partir de la solution aqueuse d'extrait de café.

Comme méthode de comparaison de notre série d'analyses, nous avons retenu la méthode de BOWER ANDERSON et TITUS (3), modifiée par nos soins (2). Cette méthode s'est également montrée très satisfaisante pour les extraits de café décaféiné. Dans ce cas toutefois, la prise d'essai était de 0,5 g d'extrait de café au lieu de 1,5 g de café torréfié.

Pour nos analyses, nous avons utilisé sept extraits de café décaféiné des principales marques commerciales que nous avons caractérisés par une lettre de A à G. Les résultats sont donnés dans le tableau ci-contre.

La nouvelle méthode pour le dosage de la teneur en caféine des extraits de café décaféiné conduit à des valeurs qui sont un peu inférieures à celles obtenues par la méthode de comparaison. Dans cette dernière méthode, au cours de l'éluat à l'eau chaude sur la colonne, de petites quantités d'autres composés azotés fixés par l'oxyde de magnésium, par voie physique, pendant le traitement à la chaleur, sont vraisemblablement amenées en solution. Ces composés azotés expliquent les valeurs plus élevées trouvées par la méthode de comparaison. Mais, selon les experts officiels compétents, les différences quantitatives enregistrées ne sont pas d'un grand poids pour l'appréciation d'un extrait de café décaféiné en se référant à sa teneur en caféine.

La nouvelle méthode est plus rapide (durée totale de l'analyse : 95 mn) et considérablement plus simple

que les procédés employés jusqu'ici (à ce sujet, il faut remarquer que dans la méthode de comparaison 80 mn supplémentaires environ sont nécessaires pour le remplissage de la colonne, l'éluat et l'évaporation de l'éluat). Nous pensons de ce fait que cette nouvelle méthode rapide peut être prise en considération pour le dosage de la caféine des extraits de café en vente dans les pays du Marché Commun.

Nos analyses ont de plus montré que, parmi les sept extraits de café décaféiné, trois seulement pouvaient, selon la règle générale que nous avons indiquée au début de cette étude, être considérés comme effectivement « décaféinés ».

Des recherches sont en cours dans notre laboratoire afin d'élaborer une méthode aussi rapide de détermination de la teneur en caféine pour les cafés torréfiés décaféinés.

Analyses d'extraits de café décaféiné de marques commerciales

Extrait de café	Nouvelle méthode % de caféine	Valeur moyenne	Méthode de comparaison % de caféine	Valeur moyenne
A	0,26	0,240	0,23	0,233
	0,24		0,25	
	0,22		0,22	
B	0,95	0,926	1,06	1,070
	0,91		1,06	
	0,92		1,09	
C	0,29	0,296	0,34	0,336
	0,28		0,34	
	0,32		0,33	
D	0,48	0,496	0,53	0,543
	0,49		0,57	
	0,52		0,53	
E	0,48	0,486	0,52	0,513
	0,49		0,51	
	0,49		0,51	
F	0,31	0,303	0,32	0,316
	0,31		0,32	
	0,29		0,31	
G	0,28	0,283	0,29	0,293
	0,28		0,30	
	0,29		0,29	

BIBLIOGRAPHIE

- CASARES (R.) et ALVAREZ YGUARAN (F. R.). — *Anales de Bromatologia* 6, 365 (1954).
- ALBANESE (F.). — *Zeitschrift für Lebensmittel-Untersuchung und-Forschung* (à publier).
- BOWER (R. S.), ANDERSON (A. D.) et TITUS (H. W.). — *Analytical Chemistry* 22, n° 8, 1056 (1950).

DISCUSSION

M. WURZIGER : Je ferai quelques remarques au sujet des résultats d'analyse : pour les matières grasses, le chiffre de 0,5% est trop élevé. Quant aux valeurs trouvées pour les tannins, elles ne sont pas exactes, car le café ne contient pas de vrais tannins.

— M. ALBANESE : les tannins ont été dosés selon la méthode à la gélatine et au carmin d'indigo.

M. NAVELLIER : Cette méthode est intéressante pour les extraits de café décaféiné, mais je remarque que la méthode de référence, celle de Power, Anderson et Titus, a été modifiée par l'Auteur. Il serait bon de faire pour la caféine comme pour l'humidité, c'est-à-dire de définir une méthode standard, sinon il sera difficile de comparer les résultats. Comment la matière azotée a-t-elle été calculée ?

— M. ALBANESE : par le coefficient $N \times 6,25$.

ALBANESE (F.). — **Nouvelle méthode rapide de dosage de la caféine dans les extraits de café décaféiné.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 3, juil.-sept. 1963, p. 237-239, réf.

Une nouvelle méthode rapide pour le dosage de la caféine dans les extraits de café décaféiné a été mise au point. Après retrait des substances gênantes par traitement à la chaleur avec de l'oxyde de magnésium, la caféine est extraite de la solution aqueuse de l'extrait de café au moyen de chloroforme, puis dosée par l'azote dans le résidu chloroformique selon la méthode de Kjeldahl. La durée de l'analyse est de 95 minutes. Sur les 7 principales marques d'extraits de café décaféiné, 3 seulement peuvent être considérées comme « sans caféine ».

ALBANESE (F.). — **A new quick method for the determination of caffeine in decaffeinated coffee extracts.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 3, juil.-sept. 1963, p. 237-239, réf.

A new method for the determination of caffeine in decaffeinated coffee extracts has been developed. The interfering substances having been removed by heating with magnesium oxide, the caffeine is extracted from the aqueous solution of the coffee extract by means of chloroform; then its percentage is determined by means of the nitrogen content of the chloroform residue, according to the Kjeldahl method. The analysis lasts 95 mn. Among the seven main commercial brands of decaffeinated coffee extracts, only three can be considered as being « free of caffeine ».

ALBANESE (F.). — **Eine neue schnelle Coffeinbestimmungsmethode für coffeinfreie Kaffee-Extrakte.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 3, juil.-sept. 1963, p. 237-239, réf.

Es wurde eine neue schnelle Methode zur Bestimmung des Coffeins in coffeinfreien Kaffee-Extrakten entwickelt. Das Coffein wird nach Entfernung der störenden Substanzen durch Wärmebehandlung mit Magnesiumoxyd aus der wässrigen Lösung der Kaffee-Extrakte mittels Chloroform extrahiert und in dem Chloroformrückstand als Stickstoff nach Kjeldahl bestimmt. Die Analysendauer beträgt 95 Minuten. Von den sieben Hauptmarken coffeinfreier Kaffee-Extrakte können nur drei als « coffeinfrei » angesehen werden

ALBANESE (F.). — **Nuevo método rápido de dosificación de la cafeína en los extractos de cafés descafeinados.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 3, juil.-sept. 1963, p. 237-239, réf.

Se ha terminado un nuevo método rápido para la dosificación de la cafeína en los extractos de café descafeinados. Después de eliminar las sustancias molestas mediante tratamiento por calor con óxido de magnesio, se extrae la cafeína de la solución acuosa del extracto de café por medio de cloroformo y después se determina cuantitativamente por el nitrógeno en el residuo cloroformico según el método de Kjeldahl. La duración del análisis es de 95 minutos. De las 7 principales marcas de extractos de café descafeinado, únicamente 3 se pueden considerar « sin cafeína ».

SUBSTANCES SOLUBLES ET CONSTITUANTS AROMATIQUES DU CAFÉ TORRÉFIÉ *

H. THALER

Direktor des Instituts für Lebensmittelchemie der
Technischen Hochschule, Braunschweig



Le sujet qui va être étudié est très complexe. Qui peut affirmer connaître avec certitude tous les composés qui se dissolvent dans l'eau bouillante au cours de la préparation du café ? L'extrait est d'abord influencé par la façon dont cette préparation est faite. Le résidu insoluble possède un remarquable pouvoir d'adsorption et il peut réadsorber des composés qui sont déjà dans la solution. Nous avons examiné cette question il y a dix ans (1) et nos résultats ont été confirmés par NAVELIER (2).

Certains de ces composés qui se dissolvent pendant l'extraction du café sont connus avec certitude et peuvent être déterminés quantitativement avec exactitude. Cependant le résultat n'est pas très satisfaisant. MOSIMAN et HÖGL ont posé le problème il y a trois ans :

Considérons que 25 % des composés solubles ont été extraits au cours de la préparation d'une tasse de café. Ceux que l'on connaît et qui peuvent être déterminés exactement sont : la caféine, la trigonelline, l'acide chlorogénique et les composés minéraux. Ils représentent 40 % de l'extrait. Quelle est la composition du reste ?

* Communication présentée en anglais.

Il est évidemment constitué de composés qui existaient déjà dans les grains de café vert ou qui se sont formés au cours de la torréfaction. La composition du café vert est connue dans une certaine mesure. Les analyses détaillées de SUTER et HADORN (4) ont cependant montré qu'une fraction, représentant 12 %, ne peut être déterminée. Il s'agit surtout des composés solubles dans l'eau. Ici, c'est probablement une question d'hydrate de carbone. WOLFROM, PLUNKETT et LAVER (5) ont établi en 1960 que le café vert contient des hydrates de carbone hautement polymérisés, solubles dans l'eau et dont les composants sont le mannose et le galactose. Ce sont probablement ces corps que des auteurs antérieurs ont caractérisés comme étant des « Dextrines ». La différence d'environ 12 %, qui résulte de l'analyse totale faite par HADORN et SUTER, est probablement due au fait que ces galactomannanes ne peuvent être hydrolysés quantitativement qu'avec difficulté. Les conditions normales, utilisées lors de la détermination de l'amidon et des dextrines, sont insuffisantes. Il faut choisir un procédé bien plus énergique. Pour cela, WOLFROM, PLUNKETT et LAVER ont utilisé de l'acide sulfurique à 100 %, nous en avons utilisé à 72 %, mais les conditions choisies étaient légèrement différentes de celles de l'hydrolyse de la cellulose.

Il semble que la torréfaction ne modifie pas ce galactomannane à un degré appréciable. Nous avons préparé le café-boisson comme on le fait chez soi, avec l'aide d'un filtre et nous avons lyophilisé les solutions.

L'hydrolyse de ces extraits a donné du galactose, du mannose et de l'arabinose, mais jamais de glucose. 25 extraits de café du commerce ont été examinés et, dans un cas seulement, on a trouvé du glucose comme étant un produit d'hydrolyse. Autant que je puis en juger, il n'existe aucune relation constante entre le galactose, le mannose et l'arabinose dans le galactomannane.

Une partie du galactomannane est peut-être produite par la paroi cellulaire. Un galactomannane soluble peut être précipité à partir d'extraits de café ou de cafés-boissons avec une solution de sulfate de cuivre alcalin, sous forme d'un complexe constitué d'hydrates de carbone, de cuivre et d'acide tartrique ainsi que d'alcali. Le galactomannane très polymérisé peut être déterminé quantitativement. Les extraits de café normalement

préparé comme chez soi en contenant 4,3-11 %, tandis que les extraits du commerce en contenant 2,4-10,5 %. Cependant ceci n'est qu'une partie des polysaccharides qui se dissolvent lors du traitement du café torréfié avec de l'eau chaude.

La détermination quantitative du galactomannane et de l'arabane total a montré qu'ils constituaient 25 à 30 % de l'extrait. Quand KRUISHEER, en 1933, prétendait que le rôle des hydrates de carbone est relativement peu important dans l'extrait de café, on ne peut complètement l'approuver. Ils sont probablement très importants pour la viscosité, le « corps » du café-boisson.

Si nous ajoutons une valeur moyenne de 28 % de ces hydrates de carbone très polymérisés à la valeur donnée par MOSIMAN et HÖGL, composée de caféine, de trigonelline, d'acide chlorogénique et de composés minéraux, nous obtenons alors 64 % des parties connues et déterminables du café-boisson.

Les grains de café vert contiennent des protéines. UNDERWOOD et DEATHERAGE ont trouvé, en 1952, 16 acides aminés et en ont déterminé 9 quantitativement. BARBERA (9) a identifié la cystine, la méthionine et la proline en 1956, et mon collaborateur le Dr GAIGL a trouvé en 1961 l'isoleucine. J'ai examiné avec lui la protéine de 9 échantillons différents de café, 5 Arabica, 3 Robusta et 1 Libérica. L'acide aminé le plus important est l'acide glutamique qui constitue 19 à 20 % de la protéine, 10 % proviennent de la leucine et de l'acide aspartique, et 4,5 à 6 % du reste.

UNDERWOOD et DEATHERAGE ont pu réidentifier dans le café torréfié la plupart des acides aminés qu'ils avaient déjà trouvés dans le café vert. Nous avons confirmé ceci après avoir analysé 3 échantillons de café, chacun d'eux ayant été légèrement et fortement torréfié. Aucune trace d'arginine, qui est très sensible, n'a pu être trouvée, même dans le café peu torréfié. La proportion des acides aminés les uns par rapport aux autres était en général inchangée.

Jusqu'à maintenant, il ne semble pas que des examens aient été faits pour s'assurer que les composés qui donnent des acides aminés au cours de l'hydrolyse existent dans les constituants solubles du café. De même, nous avons trouvé de tels composés dans les extraits lyophilisés, déjà mentionnés plus haut. A l'exception de l'arginine, tous les acides aminés présents dans le café vert ont pu être trouvés. Il y avait cependant une différence : la proportion de quelques acides aminés avait changé. La teneur en acide glutamique ne représentait plus 20 % du mélange d'acides aminés, comme dans le cas des cafés verts et torréfiés, mais 26 à 36 %.

On doit cependant considérer que les acides aminés libérés par l'hydrolyse du café torréfié et des extraits ne proviennent pas seulement de la protéine et de ses produits de décomposition. Les résultats des expériences de LEA (13), ainsi que de celles de SCHORMULLER (14) ont prouvé que les acides aminés peuvent aussi être produits à partir des composés de MAILLARD au cours de l'hydrolyse avec des acides forts. Une partie de

l'acide glutamique trouvé dans les produits hydrolysés des extraits de café provient aussi des composés de MAILLARD, ce qui explique la plus grande proportion de cet acide.

On ne peut pas établir avec certitude si, dans le café torréfié et dans les extraits, les protéines et les produits de décomposition correspondants sont présents. En transformant l'azote des acides aminés trouvés dans les produits hydrolysés en protéines (acides aminés-N. 6,25), les extraits de café contiennent environ 6 à 7 % de « protéines ».

En utilisant des valeurs moyennes, l'analyse des composés solubles du café torréfié donne la composition suivante :

Caféine	4,8 %
Trigonelline	3,2 %
Acide chlorogénique	14,0 %
Composés minéraux	14,8 %
Hydrates de carbone	28,0 %
« Protéines »	6,5 %
	<hr/>
	71,3 %

Ce qui manque surtout maintenant, c'est une méthode pour déterminer directement les produits de la réaction de MAILLARD, composés qui ont aussi été appelés « Melanoidines ». Ceci semble possible actuellement et on peut espérer aussi que les 30 % encore inconnus des composés du café soluble dans l'eau pourront être déterminés directement.

Les analyses des 10-15 dernières années ont remarquablement étendu le champ de nos connaissances en ce qui concerne la composition du café vert, du café torréfié et du café-boisson.

Les recherches sur l'arôme du café ont au contraire donné de nombreux résultats individuels, mais jusqu'à maintenant il n'a pas été possible de trouver une solution satisfaisante grâce à ces découvertes individuelles.

On sait que l'arôme du café est en grande partie produit entre 180° C et 220° C au cours de la torréfaction. On sait aussi que les saccharides, les protéines et la trigonelline jouent un grand rôle dans la formation de l'arôme. On connaît de nombreux composés qui sont des constituants plus ou moins importants de cet arôme. Il est à peu près certain qu'aucun porteur réel d'arôme n'est présent, tel que par exemple la vanilline de la vanille, ou l'eugénol des clous de girofle. L'arôme du café est probablement dû à l'effet combiné d'un grand nombre de composés. Le facteur influençant la plus ou moins grande finesse de l'arôme du café torréfié et les différences de caractéristiques des diverses sortes de café est la proportion de composés constitutifs. SEGALL et PROCTOR (15) ont démontré par exemple que les mercaptans jouent un rôle important. HUGHES et SMITH (16) ont étudié l'influence de l'acide sulfhydrique, mais leurs résultats n'ont pas été confirmés par SEGALL et PROCTOR.

Ces dernières années, la chromatographie en phase gazeuse a permis d'identifier certains constituants de

l'arôme du café, ainsi que de différencier et d'examiner les variétés individuelles de café. C'est le problème de la différenciation des variétés de café, c'est-à-dire de la détermination exacte de l'origine du goût de phénol du café dur, qui semble être si tentant à analyser. Des expériences ont probablement été faites dans ce sens, entre autres par KOVACS et WOLF (17), qui en ont rendu compte l'année dernière. Ce qui semble surtout difficile, dans ces expériences, c'est d'obtenir ou d'extraire quantitativement les composants de l'arôme.

Enfin les changements que l'arôme du café subit pendant le stockage sont d'un haut intérêt. L'arôme du café change de plus en plus environ 9 jours après la torréfaction et il est éventé d'une façon caractéristique approximativement 20 jours après. Tout d'abord, on a considéré que l'auto-oxydation des huiles du café en était la cause, parce que le café torréfié absorbe de l'oxygène en quantités relativement grandes. Sur ces entrefaites, on a découvert qu'une partie des composés de l'arôme sont eux-mêmes sensibles à l'oxygène. La théorie selon laquelle se forme un certain produit éventé dont l'odeur cause un changement de l'arôme est, selon nous, fortement improbable. Les rapports les plus récents, particulièrement ceux de RADTKE, SPRINGER, MOHR et HEISS (18) montrent que des différences quantitatives dans la composition de l'arôme total sont les causes de la formation du produit éventé. Les composés volatils disparaissent totalement ou partiellement par évaporation, oxydation ou polymérisation. Le résultat est un mélange de composés odorants, dont la composition n'est pas la même que celle du café qui vient d'être torréfié. En même temps l'arôme lui-même subit un changement. Le plus grand succès dans le domaine de la recherche en ce qui concerne l'arôme du café a été enregistré probablement à la suite du travail fait sur le sujet de l'évent. J'espère que les efforts intensifs de toute une équipe de chercheurs contribueront à expliquer, dans un proche avenir, les problèmes les plus importants.

BIBLIOGRAPHIE

1. H. THALER. — *Dtsche. Lebensm. Rdsch.* **51**, 283 (1955).
2. P. NAVELLIER, R. BRUNIN, F. CHASSEVENT, A. ISAAC. — *An. Falsif. Fraudes* **53**, 326 (1960).
3. W. MOSIMAN, O. HÖGL. — *Mitt. Lebensmittel-Unters. Hyg.* **51**, 266 (1960).
4. H. SUTER, H. HADORN. — *Mitt. Lebensm. Unters. Hyg.* **51**, 107 (1960).
5. M. L. WOLFROM, R. A. PLUNKETT, M. L. LAVER. — *J. Agric. Food. Chem.* **8**, 58 (1960).
6. H. THALER. — *Ztschr. Lebensmittel-Unters. — Forsch.* **106**, 128 (1957).
7. H. THALER. — *Ztschr. Lebensmittel-Unters-Forsch.* **110**, 442 (1959).
8. D. E. UNDERWOOD, F. E. DEATHERAGE. — *Food Res.* **17**, 425 (1952).
9. C. BARBERA. — *Coffee and Tea ind.* **79**, 12 (1956).
10. H. THALER, R. GAIGL. — *Ztschr. Lebensmittel-Unters-Forsch.* **119**, 10 (1962).
11. H. THALER, R. GAIGL. — *Ztschr. Lebensmittel-Unters-Forsch.* **120**, 357, 1963.
12. H. THALER, R. GAIGL. — *Ztschr. Lebensmittel-Unters-Forsch.* **120**, 449, 1963.
13. C. H. LEA, R. S. HANNAN. — *Biochim. biophys. Acta* **5**, 433 (1950).
14. J. SCHORMULLER, W. ANDRASS. — *Ztschr. Lebensmittel-Unters-Forsch.* **118**, 12 (1962).
15. S. SEGALL, B. E. PROCTOR. — *Food Technol.* **13**, 266, 383, 679 (1959).
16. E. B. HUGHES, R. F. SMITH. — *J. Soc. chem. Ind. (London)* **68**, 322 (1949).
17. A. S. KOVACS, H. O. WOLF. — *Kaffee u. Tee-Markt* 1962, S. 5.
18. R. RADTKE, R. SPRINGER, W. MOHR, R. HEISS. — *Ztschr. Lebensm. - Unters. - Forsch.* **119**, 293 (1963).

DISCUSSION

M. GREENWOOD-BARTON : Y a-t-il des acides aminés libres dans les extraits aqueux de café (sans hydrolyse) ?

— M. THALER : très peu, d'après les recherches de WOLFROM de l'Ohio State University, Columbus, Ohio, U. S. A.

M. GREENWOOD-BARTON : Il y a une méthode pour la lysine libre qui a été mise au point par le Dr CARPENTER de l'école d'agriculture de Cambridge ; elle pourrait servir pour le café.

M. TELEGDY-KOVATS : D'après des recherches faites par des Hongrois, il y a une différence significative entre les acides aminés libres du café et ceux des succédanés. Les acides aminés qui entrent dans la formation des complexes de Maillard appartiennent aussi, à l'origine, aux protéines du café.

De nombreux travaux sont encore nécessaires pour élucider la composition totale des extraits.

Il se produit des changements également intéressants à étudier au moment de la torréfaction et de l'emballage.

M. ALBANESE : Dans ce travail, l'Auteur donne deux valeurs, hydrates de carbone et mannane, ces deux valeurs doivent-elles être considérées séparément ?

La notion de mannane doit rester indépendante de celle des sucres totaux. Les corps albuminoïdes sont obligatoirement obtenus comme produits de Maillard. Les deux notions (sucres totaux et corps albuminoïdes) doivent être séparées.

— M. THALER : ces valeurs font partie d'un total ; c'est la partie la plus polymérisée ; une autre partie des hydrates de carbone polymérisés ne peut être précipitée. La galactomannane a été déterminée il y a quelques années.

Si les acides aminés du café dérivent de protéines ou de la réaction de Maillard, quelle partie provient de la réaction de Maillard et quelle partie provient de la dégradation de vraies protéines ? Ces recherches font partie de notre programme.

Une grande partie de l'acide glutamique des extraits de café hydrolysés proviennent des Meloidines qui contiennent cet acide.

M. PAARDEKOOOPER : Que savez-vous de la viscosité de la solution de galactomannane en relation avec la température et la concentration en eau ?

— M. THALER : Rien. De telles recherches n'ont pas été entreprises.

M. SMITH : Pensez-vous qu'une transformation des acides aminés en aldéhydes correspondants, par désamination oxydante pendant la torréfaction, soit possible ? Pouvez-vous indiquer quels produits solubles se forment par l'hydrolyse des polysaccharides lors de l'extraction du café à température élevée ? Peut-on prouver que l'arôme du café « dur » se caractérise par une teneur élevée en pyridine ? Si c'est le cas, de tels cafés ont-ils une teneur élevée en trigonelline, qui est le précurseur de la pyridine ?

— M. THALER : Dans une certaine mesure. Mais on sait encore trop peu de choses sur l'arôme du café et sur l'influence mutuelle de ses composants. La pyridine se forme par la dégradation de la trigonelline, mais la teneur en trigonelline des Robusta « durs » est de l'ordre de la moitié de celle des Arabica.

THALER (H.). — **Substances solubles et constituants aromatiques du café torréfié.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 240-244, réf.

En se rapportant à ses propres travaux et à ceux des autres chercheurs, l'A. montre la complexité du problème.

Personne ne connaît avec certitude les composés dissous par l'eau bouillante au cours de la préparation de la boisson ; l'extrait est d'ailleurs tout d'abord influencé par la façon dont il est préparé.

Les travaux des 10-15 dernières années ont apporté d'importants renseignements sur la composition des cafés verts et torréfiés et du café-boisson. Cependant 12 % des composants du café vert sont encore inconnus ; 71,3 % seulement des constituants solubles du café torréfiés sont identifiés.

Ce qui manque surtout maintenant, c'est une méthode pour déterminer directement les produits de la réaction de Maillard (Melanoidines) ; mais cela semble réalisable, ainsi que la détermination des derniers constituants solubles du café.

Les différents travaux sur l'arôme du café n'ont pas donné de résultats aussi satisfaisants. Le facteur qui détermine l'arôme et différencie les variétés les unes des autres est la proportion dans laquelle se trouvent les différents composés constitutifs de l'arôme. La chromatographie en phase gazeuse a permis de déterminer certains constituants de l'arôme du café. La difficulté rencontrée dans ces expériences semble être essentiellement l'extraction quantitative des composants de l'arôme.

Les modifications de l'arôme au cours du stockage du café torréfié sont intéressantes à examiner et c'est dans ce domaine que les meilleurs résultats ont été acquis.

THALER (H.). — **Soluble substances and aromatic constituents of roasted coffee.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 240-244, réf.

Referring to his own experiments and to those of other research workers, the Author shows the complexity of the subject. Not all the compounds, dissolved in boiling water during the preparation of a coffee beverage are known with any accuracy ; the extract is moreover affected by the way in which it is prepared.

The experiments carried out over the past 10-15 years provide information of considerable interest on green

THALER (H.). — **Lösliche Substanzen und aromatische Bestandteile des gerösteten Kaffees.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 240-244, réf.

Unter Hinweis auf seine eigenen Arbeiten und diejenigen anderer Forscher zeigt der Verfasser die Schwierigkeit des Problems auf.

Niemand kennt genau die beim Bereiten des Getränkes vom kochenden Wasser gelösten Verbindungen ; übrigens hängt der Extrakt zunächst von der Art der Bereitung ab.

Die Arbeiten der letzten 10 bis 15 Jahre haben wesentliche Kenntnisse über die Zusammensetzung der grün-

THALER (H.). — **Sustancias solubles y constituyentes aromáticos del café tostado.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 240-244, réf.

Refiriéndose a sus propios trabajos y a los de otros investigadores, el Autor pone de manifiesto la complejidad del problema.

Nadie conoce con certeza los compuestos disueltos por el agua hirviendo durante la preparación de la bebida ; por otra parte, el extracto queda esencialmente influido por la manera en que se le prepara.

Los trabajos de los 10-15 últimos años han proporcionado importantes

and roasted coffee components and on coffee brew constituents. Nevertheless 12% of the raw coffee components have as yet to be determined; only 71,3% of the roasted coffee soluble substances have been identified.

What is now needed is a method to determine directly the products of the Maillard reaction (Melanoidines). It seems possible to find one as well as to identify the last roasted coffee soluble constituents.

Research on coffee aroma did not yield satisfactory results. The factor influencing aroma and which differentiates the different varieties of coffee from each other consists in the variety in which the proportions of different aromatic constituents are found present. Gas-chromatography enabled one to determine certain aromatic constituents of coffee. The difficulty encountered in these experiments seems to reside essentially in the quantitative extraction of the aromatic components.

The changes in the aroma of roasted coffee that occur during storage are of great interest and it is in this particular field that the best results were obtained.

nen und gerösteten Kaffees und des Kaffeegetränkes ergeben. Jedoch sind noch 12% der Bestandteile des rohen Kaffees unbekannt; und erst 71,3% der löslichen Bestandteile des gerösteten Kaffees erkannt!

Jetzt fehlt vor allem eine Methode um die Produkte der Maillardschen Reaktion (Melanoidine) unmittelbar zu bestimmen; dies erscheint jedoch durchführbar, ebenso die Bestimmung der letzten löslichen Bestandteile des Kaffees.

Die verschiedenen Arbeiten über das Aroma des Kaffees haben keine gleich zufriedenstellenden Ergebnisse hervorgebracht. Der Faktor welche das Aroma bestimmt und die Sorten von einander unterscheidet ist das Verhältnis in dem die verschiedenen Bestandteile des Aromas sich befinden. Gewisse Bestandteile des Kaffee-aromas konnten durch Gaschromatographie bestimmt werden. Die bei diesen Untersuchungen zu überwindenden Schwierigkeiten liegen wohl hauptsächlich in der quantitativen Extraktion der Aromabestandteile.

Es ist interessant die Änderung des Aromas bei der Lagerung von geröstetem Kaffee zu untersuchen und besonders auf diesem Gebiet sind bisher die besten Erfolge erzielt worden.

informes acerca de la composición de los cafés verdes y tostados y del café-bebida. No obstante siguen sin conocerse un 12% de los componentes del café verde; únicamente se han identificado un 71,3% de los constituyentes solubles del café tostado.

Lo que se echa de menos sobre todo actualmente, es un método para determinar directamente los productos de la reacción de Maillard (Melanoidines); pero ello parece realizable, así como la determinación de los últimos constituyentes solubles del café.

Los diferentes trabajos sobre el aroma del café no han proporcionado resultados tan satisfactorios. El factor que determina el aroma y diferencia unas variedades de otras es la proporción en que se hallan los diferentes compuestos constitutivos del aroma. La cromatografía en fase gaseosa permitió determinar algunos constituyentes del aroma del café. La dificultad encontrada en dichas experiencias parece ser primordialmente la extracción cuantitativa de los componentes del aroma.

Las modificaciones del aroma durante el transcurso del almacenamiento del café es una materia interesante a examinar y en este aspecto se han obtenido los mejores resultados.



LES ACIDES CHLOROGÉNIQUES DU CAFÉ *

R. F. SMITH

Lyons Laboratories, Londres

INTRODUCTION

Cette communication est extraite de celle faite à une réunion du Groupe des Plantes Phénoliques au King's College à Londres, le 25 septembre 1957, et dans laquelle les acides chlorogéniques du café et leurs méthodes de détermination ont été passés en revue. Des éléments nouveaux y ont été ajoutés, en particulier, les résultats d'une étude des effets de la torréfaction sur les acides chlorogéniques du café.

L'acide chlorogénique et ses isomères existent en petites quantités dans divers organes de nombreuses plantes, mais le caféier semble être la seule à avoir dans ses grains de grandes quantités d'acide chlorogénique (qui peuvent s'élever à 5-10 %). Autant que l'on sache, cette quantité d'acide n'est dépassée par aucun autre végétal, ce qui permet de penser que l'acide chlorogénique des grains de café et ses isomères doivent, sous l'action de la torréfaction, être à l'origine de la formation de la saveur caractéristique et agréable du café pendant la torréfaction.

L'acide chlorogénique a été isolé du café en 1849 par PAYEN (2), sous le nom d'acide caféannique, qui n'était ni un produit pur, ni un vrai tannin. Il fut isolé la première fois à l'état pur en 1908 par GORTER (3), qui lui donna une formule empirique, et en 1920 FREUDENBURG trouva qu'il était constitué par un ester acide caféique de l'acide quinique, appartenant donc à la catégorie de substances connues maintenant sous le nom de polyphénols des plantes. Il existe en partie dans le café vert sous forme d'un complexe potassium-caféine. On sait maintenant que le café contient plusieurs isomères de l'acide chlorogénique, différant par la position de la liaison de l'acide caféique avec l'acide quinique. Trois positions d'isomères sont possibles. L'acide chlorogénique lui-même est l'acide 3-caféyle quinique; BARNES, FELDMAN et WHITE ont trouvé un isomère dans le café vert, qu'ils ont appelé acide iso-chlorogénique et ils ont proposé la structure: acide 5-caféyle quinique. Cette structure a été discutée par URITANI et MIYANO (9), qui ont suggéré la structure acide 4-caféyle quinique.

Ceci est plus vraisemblable, car des travaux récents ont établi que la liaison est dans la position 5 chez l'acide néochlorogénique. L'acide isochlorogénique diffère de l'acide chlorogénique normal, car il ne forme pas un complexe potassium-caféine, et est soluble dans l'acétate de butyle. GRIEBEL (6) a découvert la présence d'acide isochlorogénique, ainsi que celle d'un acide non cristallisable, probablement l'acide néochlorogénique dans le café vert. La présence d'acide néochlorogénique a été confirmée par SONDERHEIMER (7) et par

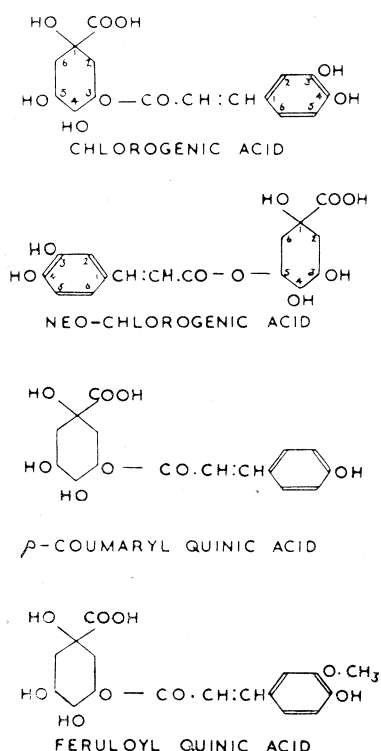


Fig. 1. — Acide chlorogénique et acides phénoliques connexes du café

* Communication présentée en anglais.

LENTNER et DEATHERAGE (8). HASLAM (17) a établi récemment que l'acide néochlorogénique est l'acide 5-O-caféyle-quinique. LENTNER et DEATHERAGE ont aussi détecté l'acide p-coumaryle-quinique connexe et deux isomères de l'acide férulyle-quinique. Ce dernier semble correspondre à l'acide pseudochlorogénique des patates douces trouvé par URITANI et MIYANO (9). Plus récemment PICTET et BRANDEN-

BERGER (10), en utilisant la chromatographie sur papier à deux dimensions, ont identifié les trois isomères de l'acide chlorogénique et les trois isomères de l'acide férulyle-quinique, dans les substances précipitées des extraits de café vert par l'acétate de plomb.

Les structures probables de l'acide chlorogénique et des isomères connexes de l'acide quinique sont indiquées sur la figure 1.

EXPÉRIENCE

Chromatographie des acides chlorogéniques du café

Un extrait de café vert a été examiné par la chromatographie sur papier à deux dimensions, en employant d'abord le mélange eau — acide acétique — butanol (2,2/1/4) sur une dimension, puis l'acide acétique à 2 % v/v sur l'autre dimension. La figure 2 montre la position des principaux constituants localisés sur le chromatogramme, en examinant la fluorescence à la lumière ultraviolette, après pulvérisation du réactif de HOEPFNER (11) (nitrite de sodium et acide acétique) ou avec une solution de chlorure ferrique dilué. Sur la deuxième dimension, chaque isomère a été séparé avec de l'acide acétique à 2 % v/v en deux isomères optiques (4 dans le cas de l'acide isochlorogénique), à cause de l'asymétrie optique de la cellulose du papier, le cis-isomère migrant plus vite que le trans-isomère. Les deux taches de caféine recouvrant les deux taches principales d'acide chlorogénique ont

été localisées par pulvérisation d'une solution à 1 % d'acide phosphomolybdique. Il est donc prouvé que la caféine du café est plus associée à l'acide chlorogénique lui-même qu'à aucun de ses isomères. Ceci concorde avec le fait qu'il n'y a que l'acide chlorogénique qui forme un complexe potassium-caféine. Celui-ci n'est cependant qu'un composé peu stable, car la caféine d'une solution aqueuse peut être facilement extraite au chloroforme.

Préparation de l'acide chlorogénique à partir du café vert

L'acide chlorogénique employé pour cette étude a été isolé du café vert sous forme de sel double, qui fournit la matière initiale convenant le mieux à sa préparation, en utilisant la méthode de GORTER (3).

Le café vert a été finement moulu dans un broyeur à marteau et extrait à froid par l'éthanol à 66 %. L'extrait a été évaporé sous pression réduite, jusqu'à ce qu'il soit ramené à un faible volume. On a ajouté de l'éthanol en excès et le précipité visqueux qui s'était formé a été éliminé par filtration. L'extrait a été de nouveau concentré jusqu'à avoir la consistance d'un sirop. En quelques jours, un précipité cristallin s'est peu à peu formé qui, après recristallisation à deux reprises dans l'alcool à 85 %, a donné des cristaux couleur chamois pâle de sel double de chlorogénate monohydrate de caféine et de potassium.

La totalité de la caféine et une partie de l'acide chlorogénique ont été précipitées sous la forme d'un sel double, en laissant dans la solution le reste de l'acide chlorogénique sous la forme d'un sel de potassium. On obtint une seconde fois du sel double après addition de caféine à la solution-mère ; ce sel avait la même composition que le premier.

L'acide chlorogénique a été préparé à partir du sel double par la méthode employée par MOORES, McDERMOTT et WOOD (12). Un poids équivalent d'acide tartrique a été ajouté à une solution du sel double, et le bitartrate de potassium qui avait cristallisé a été éliminé par filtration. La caféine a été extraite du filtrat avec le chloroforme, le filtrat a été évaporé jusqu'à ce qu'il ait

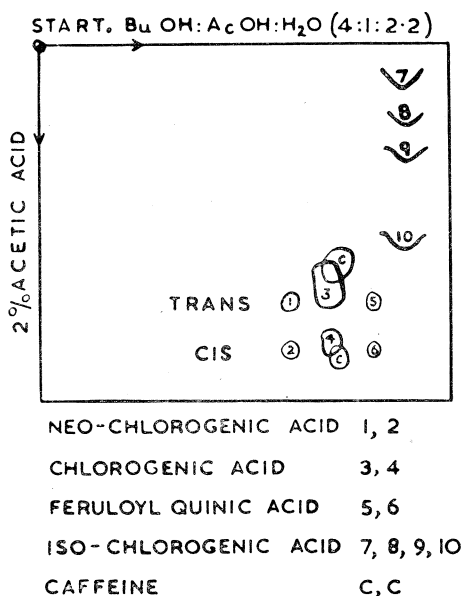


Fig. 2. — Chromatogramme sur papier d'un extrait de café vert

retrouvé son volume initial, puis refroidi à 2° C. Des cristaux blancs d'acide chlorogénique se sont formés et, après une seule recristallisation à partir de l'eau, ils présentaient un point de fusion à 207° C (GORTER a donné une température de 206-7° C).

Des spécimens de l'acide chlorogénique isolé d'échantillons de café Arabica et de café Robusta ont des propriétés identiques. Lors de l'examen par chromatographie à deux dimensions, les deux échantillons d'acide chlorogénique se sont séparés en deux isomères optiques ; les sels doubles du chlorogénate de caféine et de potassium se sont aussi séparés chacun en leurs deux isomères, à chacun desquels était associée une tache de caféine.

La détermination des acides chlorogéniques du café vert

De nombreuses méthodes colorimétriques et titrimétriques ont été employées pour déterminer l'acide chlorogénique du café. Une méthode par titrage (impliquant l'oxydation iodométrique de l'acide chlorogénique en solution alcaline), proposée par SLOTTA et NEISSER (13), avec des modifications appropriées qui seront décrites plus loin, semble donner des résultats satisfaisants, et n'exige aucun appareil spécialisé. Aujourd'hui, on utilise davantage les méthodes spectrophotométriques, en mesurant l'absorption d'échantillons bien préparés à une longueur d'onde de 324 m μ . Toutes les méthodes qui ont été utilisées pour déterminer l'acide chlorogénique du café donnent la teneur totale en acides chlorogéniques (y compris les isomères et les esters d'acides quiniques correspondants). Chaque isomère peut cependant être déterminé isolément par séparation préliminaire avec la chromatographie sur papier, suivie de l'élué des taches et de mesures spectrophotométriques des éluats. HAUSERMANN et BRANDENBERGER (14) ont déterminé l'acide chlorogénique en mesurant l'absorption à 357 m μ , après addition de borate (c'est-à-dire en employant le déplacement bathochrome dans le spectre d'absorption). L'acide isochlorogénique a été déterminé séparément après extraction au butanol.

a) TITRAGE IODOMÉTRIQUE DE L'ACIDE CHLOROGÉNIQUE

SLOTTA et NEISSER ont fait précipiter l'acide chlorogénique d'extraits de café avec de l'acétate neutre de plomb, ils ont décomposé le précipité avec de l'hydrogène sulfuré et ils ont évalué l'acide chlorogénique de la solution filtrée par une oxydation iodométrique de la solution alcaline.

MOORES et Col. (12) ont examiné cette méthode et ont suggéré de l'améliorer par exemple en employant de

l'acétate basique de plomb, mais, à cause des difficultés de manipulation rencontrées, ils ont proposé une méthode spectrophotométrique. GRIEBEL (6) observait que l'acide chlorogénique n'est pas complètement précipité par le procédé de SLOTTA et NEISSER. On a examiné, cette méthode dans nos laboratoires ; elle a donné de bons résultats après de légères modifications du procédé.

On a trouvé que des extractions préliminaires de l'échantillon à l'éther de pétrole pour dégraisser et au chloroforme pour décaféiner n'étaient pas nécessaires, car ces substances ne gênent pas la détermination de l'acide chlorogénique.

L'échantillon de café a d'abord été extrait avec de l'eau bouillante et l'acide chlorogénique a été précipité à partir de l'extrait refroidi et filtré par addition d'une solution d'acétate neutre de plomb. De cette façon, l'acide chlorogénique n'a pas été complètement précipité à cause de sa solubilité partielle dans l'acide acétique libéré de l'acétate de plomb. Pour surmonter cette difficulté, et obtenir une précipitation totale, l'acide acétique libre est alors neutralisé et la valeur du pH de la solution est amenée à 8,5 par l'addition goutte à goutte d'une solution ammoniacale 5 N. PICTET et BRANDENBERGER (10) ont montré que les acides phénoliques non précipités à un pH égal à 5,0, mais précipités à un pH égal à 8,0, se composent surtout d'acide férulylquinique et de plus faibles quantités d'acide chlorogénique et d'acide néochlorogénique. On a trouvé que le précipité au plomb contient aussi des substances autres que les acides phénoliques qui pouvaient gêner le titrage. C'est pourquoi le précipité a été purifié par extraction avec une solution d'acide acétique à 5 %, dans laquelle ces substances étaient insolubles, puis il y a reprécipitation des acides chlorogéniques par addition d'ammoniaque 5 N à l'extrait pour encore ajuster la valeur du pH à 8,5. On a retiré le plomb de ce précipité par addition d'acide sulfurique dilué au lieu d'hydrogène sulfuré. Les acides chlorogéniques du filtrat ont alors été déterminés par oxydation avec de l'iode dans la solution alcaline comme dans la méthode initiale de SLOTTA et NEISSER. Le titrage a été uniformisé en employant une solution d'acide chlorogénique isolé du café vert, et chaque ml de la solution de thiosulfate de sodium N/10 était équivalent à 1,64 mg d'acide chlorogénique anhydre. C'est pourquoi les résultats obtenus ont donné des acides totaux tels que l'acide chlorogénique.

On n'a pas pu trouver par la chromatographie sur papier de traces d'acide caféique dans le café vert ou dans le café torréfié ; GRIEBEL (6) n'a pas non plus pu trouver d'acide caféique dans le café vert. Il est probable que la petite quantité d'acide caféique du café vert mentionnée par SLOTTA et NEISSER résultait de la solubilité partielle de l'acide chlorogénique dans l'éther humide utilisé dans l'eau pour l'extraction continue des extraits aqueux de café.

b) DÉTERMINATION SPECTROPHOTOMÉTRIQUE DE L'ACIDE CHLOROGÉNIQUE

Une méthode similaire à celle de MOORES et Col. (12), et par la suite recommandée par WEISS (15) afin qu'elle soit adoptée par l'A. O. A. C., a été utilisée : 2 g de l'échantillon de café vert ou de café torréfié ont été extraits en les faisant bouillir avec 100 ml d'eau sous reflux, l'extrait a été refroidi et dilué à 200 ml dans un flacon gradué. L'extrait a été filtré. 10 ml du filtrat ont été amenés à 500 ml par dilution et l'absorption (K_1) mesurée à une longueur d'onde de 325 $m\mu$ avec un spectrophotomètre Unicam. A 50 ml de l'extrait, on a ajouté 1 ml de solution saturée d'acétate neutre de plomb, puis une quantité suffisante (4 à 5 gouttes) pour porter la valeur du pH à 8,5 d'une solution d'hydroxyde d'ammonium 5 N et ainsi précipiter en totalité les acides chlorogéniques. Après les avoir laissés pendant une heure à la température ambiante, les acides chlorogéniques précipités ont été séparés par filtration ou par centrifugation, et lavés à deux reprises avec une solution d'hydroxyde d'ammonium dilué (de pH 8,5). Le filtrat et les eaux de lavage ont été mélangés, une pincée de sulfate de potassium solide a été ajoutée pour précipiter tout le plomb en excès, la solution a été filtrée et diluée à 100 ml. L'absorption (K_2) de cette solution a été mesurée également à 325 $m\mu$. La teneur de l'échantillon en acide chlorogénique total a été calculée de la façon suivante, en utilisant 0,520 comme valeur $E_{1\text{ cm}}^{0,001\%}$ pour l'acide chlorogénique anhydre (figure 3).

$$\% \text{ d'acide chlorogénique} = \frac{10 K_1 - 0,4 K_2}{1,04}$$

Comme l'acide chlorogénique constitue 75 % de la totalité des acides (6) et que le pouvoir d'absorption moléculaire des isomères ont des valeurs similaires, l'absorption étant due essentiellement à l'acide caféique (ou férulique) contenu dans les molécules, aucune erreur importante ne pouvait résulter de l'utilisation de la valeur indiquée ci-dessus de $E_{1\text{ cm}}^{0,001\%}$ pour l'acide chlorogénique total.

L'absorption du filtrat obtenu après traitement de l'extrait de café vert à l'acétate de plomb est en général très faible (équivalente à moins de 0,05 % d'acide chlorogénique). Le traitement au plomb n'est pas nécessaire dans le cas du café vert et la teneur en acide chlorogénique peut être obtenue directement à partir de l'absorption de l'extrait aqueux à 325 $m\mu$ sans aucune erreur importante.

Les teneurs en acide chlorogénique des échantillons de café, torréfiés à différents degrés dans un petit torréfacteur électrique de laboratoire, ont été déterminées à la fois par titrage et par la méthode spectrophotométrique. La figure 4 montre que les résultats obtenus par les deux méthodes concordaient de façon satisfaisante, sauf pour les échantillons trop torréfiés, pour lesquels la méthode spectrophotométrique a donné des résultats légèrement inférieurs à ceux de l'autre méthode.

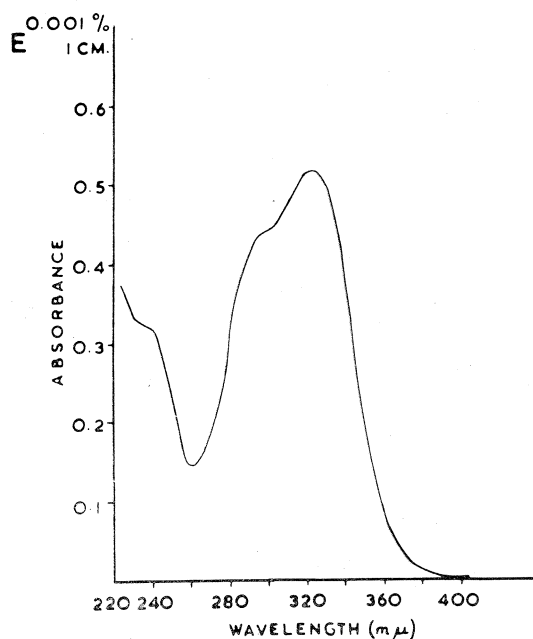


Fig. 3. — Absorption d'une solution d'acide chlorogénique (0,001 %)
 ↑ absorption → longueur d'onde

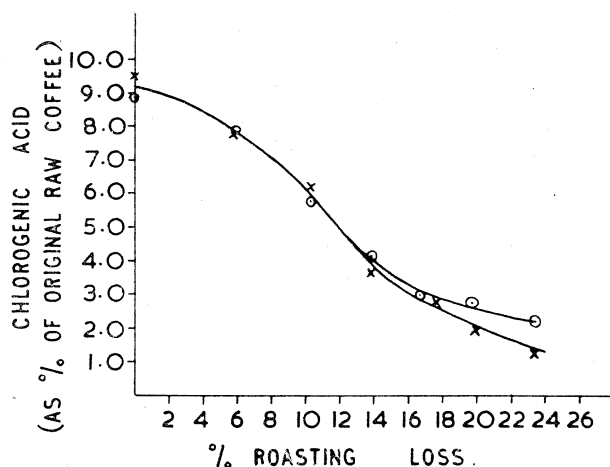


Fig. 4. — Détermination de l'acide chlorogénique du café torréfié

- o — o méthode par titrage
- x — x méthode par absorption des rayons ultra-violets
- ↑ acide chlorogénique en % du café vert initial
- % de perte à la torréfaction

Les teneurs en acide chlorogénique des échantillons de café vert

Les teneurs en acide chlorogénique des échantillons de café vert (variétés Arabica et Robusta) ont été déterminées. Afin de connaître la forme sous laquelle les acides chlorogéniques existent dans les échantillons, en tant que différents sels, les teneurs en caféine et en potassium ont aussi été déterminées. En supposant que dans les grains toute la caféine était combinée à l'acide chlorogénique sous forme d'un sel de caféine et de potassium, et que l'acide chlorogénique restant était combiné au potassium sous forme d'un sel laissant un excès de potassium non combiné à l'acide chlorogénique, les pourcentages de chlorogénate de caféine et de potassium (A) et de chlorogénate de potassium (B) ont été calculés comme l'indique le tableau I. Les deux échantillons de Robusta avaient des teneurs en acide chlorogénique et en caféine plus élevées que les deux échantillons d'Arabica, ce qui donnait un rapport chlorogénate de caféine et de potassium/chlorogénate de potassium (A/B) plus élevé dans le cas des Robusta que dans le cas des Arabica. Cela peut expliquer la diffé-

rence des effets de la torréfaction sur la teneur en acide chlorogénique, comme on le montrera plus loin.

Effets de la torréfaction sur la teneur en acide chlorogénique

Les échantillons de café vert (Arabica et Robusta) analysés dans la section ci-dessus ont été torréfiés séparément dans un petit torréfacteur électrique. Une série d'échantillons torréfiés, avec une gamme de pertes à la torréfaction, a été préparée. Leur teneur en acide chlorogénique a été déterminée et exprimée en pourcentage des grains verts initiaux.

La figure 5 montre que les changements pendant la torréfaction se sont faits en trois étapes : 1) pertes progressives d'acide chlorogénique pendant que les grains perdaient leur eau présente initialement; 2) destruction rapide de l'acide chlorogénique pendant que la saveur se développait ; 3) sur-torréfaction des grains pendant laquelle la teneur en acide chlorogénique tendait à se maintenir à une valeur constante. La teneur résiduelle en acide chlorogénique était plus élevée dans

TABLEAU 1

Distribution de l'acide chlorogénique dans les échantillons de café vert

Echantillons	Valeurs déterminées	Valeurs calculées		Rapport A/B
		Chlorogénate de caféine et de potassium	Chlorogénate de potassium	
Kenya (Arabica)				
% Acide chlorogénique	6,81	1,75	5,06	
% Caféine	0,96	0,96	—	
% Potassium	1,22	0,19	0,56	
Total %		2,90 (A)	5,62 (B)	0,52
Santos (Arabica)				
% Acide chlorogénique	6,94	1,64	5,30	
% Caféine	0,90	0,90	—	
% Potassium	*	0,18	0,58	
Total %		2,72 (A)	5,88 (B)	0,46
Ouganda (Robusta)				
% Acide chlorogénique	10,09	3,48	6,61	
% Caféine	1,91	1,91	—	
% Potassium	1,60	0,38	0,73	
Total %		5,77 (A)	7,34 (B)	0,79
Ex-Congo-Belge (Robusta)				
% Acide Chlorogénique	9,39	3,44	5,95	
% Caféine	1,89	1,89	—	
% Potassium	*	0,38	0,66	
Total %		5,71 (A)	6,61 (B)	0,86

* Les teneurs en potassium total de ces échantillons n'ont pas été déterminées, mais on suppose qu'elles étaient supérieures à celles combinées à l'acide chlorogénique.

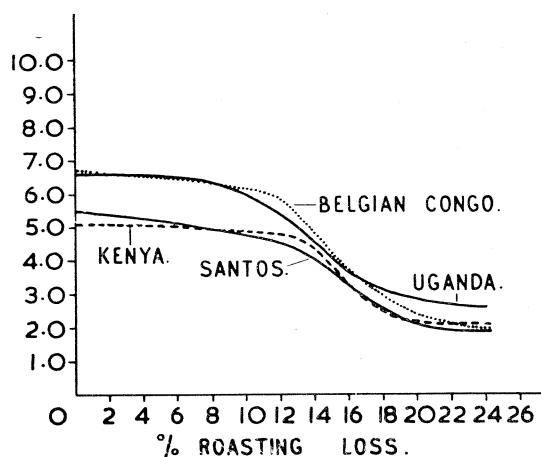


Fig. 5. — Teneur en acide chlorogénique du café torréfié

↑ acide chlorogénique en % du café vert initial
→ % de perte à la torréfaction

les deux expériences sur café Robusta que dans les deux expériences sur café Arabica. Comme les cafés Robusta contenaient la plus forte proportion d'acide chlorogénique combiné au potassium et à la caféine, il semble que cette fraction soit moins affectée par la torréfaction que le reste des acides chlorogéniques, c'est-à-dire les autres isomères (N. B. BARNES et col.

ont trouvé que l'acide isochlorogénique était instable à la chaleur).

Relation entre la perte à la torréfaction et la teneur en acide chlorogénique

La rapide diminution de la teneur en acide chlorogénique, qui a lieu au 2^e stade de la torréfaction, lorsque la saveur du café se forme, permet de penser que la détermination de la teneur en acide chlorogénique offre une méthode de contrôle de la torréfaction. Le tableau II indique les effets du procédé de torréfaction sur les teneurs en acide chlorogénique d'une série de mélanges commerciaux de café. Les teneurs en acide chlorogénique du café vert et du café torréfié à divers degrés dans un torréfacteur industriel ont été déterminées. Les mélanges ont été divisés en deux groupes, le premier comprenant surtout des cafés Arabica, et contenant environ 7 % d'acide chlorogénique ; le deuxième consistant surtout en cafés Robusta et contenant environ 9 % d'acide chlorogénique. Dans chaque groupe, il y a une corrélation entre le pourcentage de pertes à la torréfaction et le pourcentage d'acide chlorogénique détruit, ce dernier pourcentage étant plus élevé pour les mélanges de Robusta que pour les mélanges d'Arabica. Il devrait donc être possible d'obtenir une mesure de la perte à la torréfaction d'un mélange de composition connue, d'après la modification de la teneur en acide chlorogénique au cours de la torréfaction.

CONCLUSIONS

Les résultats de ces recherches montrent que l'acide chlorogénique et ses isomères sont d'importants constituants des grains de café. On doit déduire de la décomposition des acides chlorogéniques pendant la torréfaction qu'ils ont une influence sur la production de la saveur caractéristique du café. De nombreuses recherches ont été faites dans le passé pour identifier les constituants très volatils de l'arôme du café ; elles ont été poursuivies en employant la chromatographie à phase gazeuse. Cependant il semble qu'on ait peu tenu compte des constituants moins volatils et non volatils du café torréfié qui, en dehors de l'arôme, doivent avoir une influence importante sur la saveur. De nombreux constituants volatils du café torréfié ont aussi été identifiés dans les céréales torréfiées, mais le goût de ces céréales ne ressemble pas à celui du café, en dehors du goût de caramel qui résulte de la destruction des hydrates de carbone. Le café se distingue par les constituants de l'arôme contenant de l'azote et du soufre et par les constituants phénoliques non volatils. Ces derniers se forment apparemment pendant la torréfaction par la destruction de l'acide chlorogénique qui est un constituant caractéristique du grain de café ;

HÖGL (16) a indiqué les réactions de destruction

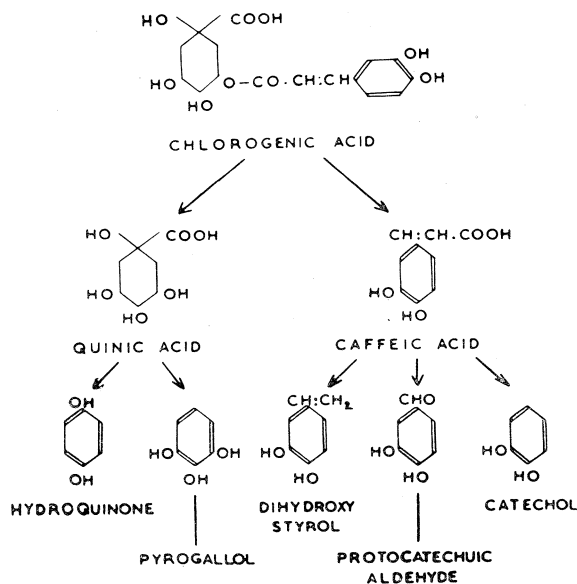


Fig. 6. — Processus possible de transformation de l'acide chlorogénique en composés phénoliques (d'après O. HÖGL)

TABLEAU II
Teneurs en acide chlorogénique des cafés torréfiés

Echantillons	% Perte à la torréfaction		% Acide chlorogénique		% Perte d'acide chlorogénique
	Total (y compris l'eau)	Net (poids sec)	Café vert	Café torréfié (% du café vert)	
1	13,2	5,15	7,34	4,59	37,5
2	15,2	5,12	6,79	4,16	38,7
3	16,2	6,58	7,00	3,34	52,3
4	15,0	3,04	9,30	5,25	43,6
5	14,8	5,22	9,36	4,40	52,9
6	17,2	6,23	9,39	4,78	49,1
7	17,2	7,49	9,10	3,82	58,1

possibles pendant la torréfaction (figure 6), il a montré que l'acide chlorogénique (et ses isomères) pouvait se décomposer d'abord en acides caféique et quinique, et que ceux-ci à leur tour pouvaient se décomposer en dihydroxy-styrol (vinyl-catechol), en aldehyde proto-catechique et en catéchines d'une part, et en hydroquinone et pyrogallol d'autre part. Il a identifié tous ces composés dans le café torréfié, à l'exception du dihydroxy-styrol.

Je dois remercier le Dr. J. H. BUSHILL, chimiste en chef, et les directeurs de J. LYONS et Co Ltd. pour m'avoir autorisé à publier les résultats de ces recherches.

BIBLIOGRAPHIE

1. *Chemistry and Industry*, 1958, 213.
2. A. PAYEN. — *Ann. Chim. et Phys.*, 1849, **26**, 108.
3. K. GORTER. — *Annalen*, 1908, 358, 327.
4. K. FREUDENBERG. — *Berichte*, 1920, **53**, 232.
5. H. M. BARNES, J. R. FELDMAN, W. V. WHITE. — *J. Amer. Chem. Soc.*, 1950, **72**, 4178.
6. G. GRIEBEL. — *Z. Lebens. Unters. u. Forsch.*, 1956, **104**, 173.
7. F. SONDEHEIMER. — *Arch. Biochem. Biophys.*, 1958, **74**, 131.
8. G. LENTNER, F. E. DEATHERAGE. — *Chem. and Ind.*, 1958, 1331.
9. I. URITANI, M. MIYANO. — *J. Agr. Chem. Soc. Japan*, 1955, **29**, 151-161.
- 9a. I. URITANI, M. MIYANO. — *Nature*, 1955, **175**, 812.
10. G. PICTET, H. BRANDENBERGER. — *J. Chromatography*, 1960, **4**, 396.
11. W. HOEPFNER. — *Chem. Ztg.* 1932, **56**, 991.
12. R. G. MOORES, D. L. McDERMOTT, T. R. WOOD. — *Anal. Chem.* 1948, **20**, 620.
13. K. H. SLOTTA, K. NEISSER. — *Ber.*, 1938, **71**, 1616.
14. M. HAUSERMANN, H. BRANDENBERGER. — *Z. Lebens. Unters. u. Forsch.*, 1961, **115**, 516.
15. L. C. WEISS. — *J. A. O. A. C.*, 1953, **36**, 663.
16. O. HÖGL. — *Mitt. Lebens. Unters. u. Hyg.*, 1958, **49**, 433.
17. E. HASLAM. — Communication personnelle.

DISCUSSION

M. HEESTERMAN : Le développement de l'arôme du café a-t-il pu être obtenu par pyrodestruction de l'acide chlorogénique pur ?

— M. SMITH : Des essais ont été faits en chauffant du chlorogénate de caféine et de potassium avec du saccharose dans des tubes fermés. On n'a pas obtenu la saveur caractéristique ni l'arôme du café, bien que la destruction de l'acide chlorogénique ait été beaucoup plus grande que lorsque le sel d'acide chlorogénique est chauffé seul.

M. PAARDEKOOPER : On a trouvé dans l'arôme du café du Paravynilgalaïacol alors qu'on ne s'attendait à trouver que du dihydronystyrol.

M. ALBANESE : La méthode devrait être proposée comme une méthode officielle pour l'Europe. La décarboxylation de l'acide quinique n'a pas été établie par SEGALL et PROCTOR. Les valeurs pour la torréfaction allemande sont de 4 — 4,5 %. Au cours de la décaféination et de l'étuvage se produit une légère dégradation de l'acide chlorogénique. La torréfaction italienne donne de très faibles valeurs d'acide chlorogénique.

Le Président M. ILLY : Les acides chlorogéniques du café pourraient être à la base d'une méthode de contrôle de la température de torréfaction.

SMITH (R.F.). — **Les acides chlorogéniques du café.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 245-252, fig., réf.

Une étude de deux méthodes de détermination de l'acide chlorogénique et de ses isomères dans le café est exposée. Tous les acides chlorogéniques du café vert (qui peuvent atteindre 5 à 10 %) et du café torréfié sont déterminés par une méthode iodométrique et par une méthode spectrophotométrique. On a montré avec la chromatographie sur papier que le café vert contenait de l'acide chlorogénique (acide 3 cafféyle-quinique) et ses isomères acides néo-chlorogénique et iso-chlorogénique, ainsi que de l'acide ferulyle-quinique connexe. L'acide chlorogénique existe dans le café vert en partie sous forme d'un complexe d'hémichlorogénate de potassium et de caféine et en partie sous forme d'un sel de chlorogénate de potassium. Pendant la torréfaction, la fraction d'acide chlorogénique du café est en partie décomposée, et les isomères qui ne forment pas des complexes avec la caféine se montrent plus affectés que l'acide chlorogénique lui-même, qui forme un complexe avec la caféine et le potassium. La teneur en acide chlorogénique du café torréfié donne une bonne mesure du pourcentage des pertes à la torréfaction et pourrait être utilisée pour le contrôle de celle-ci. On suggère qu'un examen détaillé des effets de la torréfaction sur les différents isomères et de la composition de leurs produits de décomposition pourrait donner quelques précisions sur les constituants non volatils de l'arôme du café.

SMITH (R. F.). — **The Chlorogenic Acids in Coffee.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 245-252, fig., réf.

An investigation into two methods for the determination of chlorogenic acid and its isomers in coffee is described. The total chlorogenic acids in raw coffee (which may be as much as 5-10%), and in roasted coffee, were determined by an iodometric titration method, and by a spectrophotometric method. Raw coffee has been shown by paper chromatography to contain chlorogenic acid itself (3 caffeoyl-quinic acid), and its isomers neo-chlorogenic and isochlorogenic acids as well as the related feruloylquinic acid. Chlorogenic acid is present in raw coffee partly as a potassium caffeine chlorogenic acid complex, and partly as a potassium chlorogenic acid salt. During roasting the chlorogenic acid fraction in coffee is partly decomposed, and the isomers which do not form complexes with caffeine appear to be affected more than chlorogenic acid itself, which forms a complex with caffeine and potassium. The chlorogenic acid content of roasted coffee gives a measure of percentage roasting losses and could be used for the control of roasting. It is suggested that a detailed examination of the effects of roasting on the individual chlorogenic acid isomers, and of the composition of their decomposition products might give some information on the non-volatile constituents of coffee flavour.

SMITH (R. F.). — **Die Chlorogensäuren des Kaffees.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 245-252, fig., réf.

Die Untersuchung über zwei Bestimmungsmethoden der Chlorogensäure und deren Isomeren im Kaffee wird dargestellt. Alle Chlorogensäuren des rohen Kaffees (welche 5 bis 10 % erreichen können) und des gerösteten Kaffees werden durch eine jodometrische Methode und durch eine spektrophotometrische Methode bestimmt. Es wird durch Papierchromatographie bewiesen, dass der rohe Kaffee Chlorogensäure (Caffeoyl-3-Quininsäure) und deren neo- und iso-Isomere, sowie verwandte Cinchoninsäure enthält. Die Chlorogensäure ist im rohen Kaffee teilweise im Zustand eines Komplexes von Kalium- und Coffein-Hemichlorogenat und zum anderen als eine Kaliumchlorogenat-Salz vorhanden. Beim Rösten wird der Anteil an Chlorogensäure im Kaffee teilweise zersetzt und die mit dem Coffein in Komplexen nicht verbundenen Isomere werden mehr davon zerstört als die Chlorogensäure selbst, welche mit dem Coffein und dem Kalium eine komplexe Verbindung bildet. Der Gehalt an Chlorogensäure des gerösteten Kaffees ist ein guter Massstab des Prozentsatzes der Röstverluste und könnte für die Kontrolle dieses letzteren verwendet werden. Es wird eingegeben, dass eine eingehende Prüfung der Röstwirkung auf die verschiedenen Isomere und der Zusammensetzung deren Zersetzungsprodukte zu einigen Angaben über die nicht flüchtigen Bestandteile des Kaffeearomas führen könnte.

SMITH (R. F.). — **Los ácidos clorogénicos del café.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 245-252, fig., réf.

Se expone un estudio de dos métodos de determinación del ácido clorogénico y de sus isómeros en el café. Todos los ácidos clorogénicos del café verde (que pueden alcanzar del 5 al 10 %) y del café tostado se determinan mediante un método yodométrico y un método espectrofotométrico. Se ha demostrado con la cromatografía sobre papel que el café verde contenía ácido clorogénico (ácido 3 cafeil-quinico) y sus isómeros ácidos neochlorogénico e isochlorogénico, así como el ácido cincónico conexo. El ácido clorogénico existe en el café verde parcialmente en forma de un complejo de hemichlorogenato de potasio y de cafeína y en parte bajo la forma de una sal de clorogenato de potasio. Durante la torrefacción, la fracción de ácido clorogénico del café queda descompuesta en parte y los isómeros que no forman complejos con la cafeína se muestran más afectados que el propio ácido clorogénico que forma un complejo con la cafeína y el potasio. El contenido de ácido clorogénico del café tostado proporciona una buena medida del porcentaje de las pérdidas en la torrefacción y se le podría utilizar para el control de ésta. Se sugiere que un examen detallado de los efectos de la torrefacción sobre los diferentes isómeros y de la composición de sus productos de descomposición podría proporcionar algunas precisiones sobre los constituyentes no volátiles del aroma del café.

SUBSTANCES AROMATIQUES VOLATILES OXYDABLES COMME COMPLÉMENT D'APPRÉCIATION DU CAFÉ TORRÉFIÉ ET DE SES PRÉPARATIONS *

J. WURZIGER

Hygienisches Institut, Hambourg

Par les variations chimiques des sucres, des matières albuminoïdes et, à un degré moindre, des graisses et des substances voisines de celles-ci survenant au cours du processus de torréfaction, le café n'obtient pas seulement la couleur sombre ; simultanément se forment des substances aromatiques propres qui confèrent à la boisson du café son parfum et son goût agréable. Les recherches sur la nature et la formation de l'arôme du café accordent une grande importance aux substances valorisantes du parfum et du goût.

Les substances aromatiques sont volatiles et plus précisément volatiles dans la vapeur d'eau. Déjà, LEBBIN (1) avait remarqué que les distillats de café libéraient l'iode de l'acide iodique. De plus, la quantité d'iode dégagée était plus importante pour des grains de café fraîchement torréfiés que pour des grains stockés. LEBBIN a utilisé ce phénomène pour déterminer la fraîcheur et la qualité de cafés torréfiés. La quantité de solution de thiosulfate de sodium N/100, en ml, nécessaire pour 100 g de café torréfié exprimait « l'indice d'arôme ».

O. WYLER et O. HÖGL (2) ont de même séparé la fraction aromatique entraînable par distillation à l'eau et ont tenté de retenir les substances distillées par oxydation au bichromate sulfurique. On entend, sous le terme « indice d'oxydation », la quantité, exprimée en ml, de solution de bichromate N/10 nécessaire lorsqu'on distille, dans des conditions définies, l'arôme volatil de 1,0 g de café dans la vapeur d'eau.

Le procédé décrit par O. WYLER et O. HÖGL (2) fournit des valeurs bien reproductibles. Il prend néanmoins beaucoup de temps. Une autre technique s'est montrée plus favorable, particulièrement pour les recherches en série. L'emploi de cette méthode de diffusion simple pour l'étude de cafés torréfiés, d'extraits de café en poudre et de la boisson qu'ils donnent sera exposé par la suite.

La valeur du café torréfié ne dépend pas uniquement de la quantité de substances aromatiques, mais surtout de la nature de ces substances. Par oxydation, on ne peut conclure à la nature et à la qualité des constituants aromatiques. Cependant les indices d'oxydation peuvent servir d'échelle d'appréciation, car on peut ainsi déterminer facilement la quantité de substances aromatiques, volatiles dans la vapeur d'eau, formée. Dans des conditions d'expérience définies, on peut donc donner une information positive sur les substances aromatiques, volatiles dans la vapeur d'eau, qui n'étaient connues jusqu'à présent que par les tests de dégustation, purement subjectifs.

L'appareillage servant à l'établissement de l'indice d'oxydation est représenté sur la figure 1.

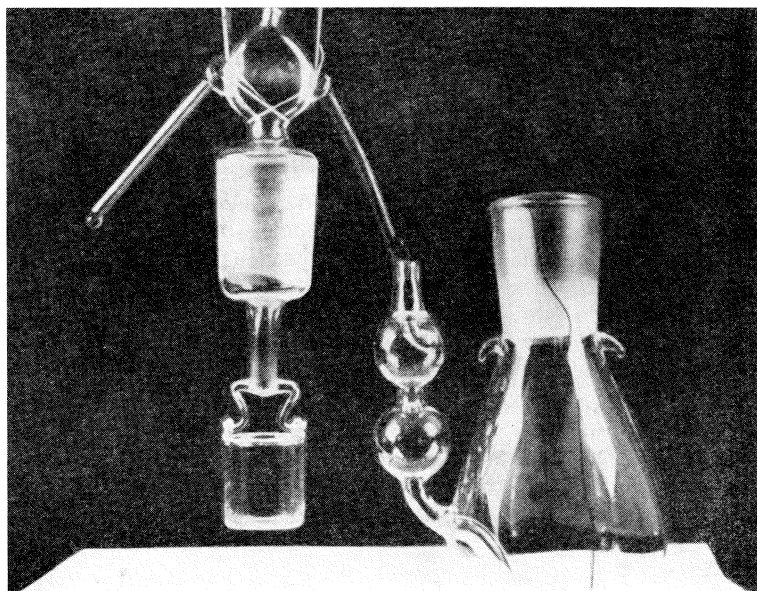


Fig. 1. — Appareillage servant à l'établissement de l'indice d'oxydation

* Communication présentée en allemand.

PROCÉDÉ DE TRAVAIL

1. Indice d'oxydation A :

L'appareil est constitué par un ballon de verre à tubulure latérale. Le tube bordé se termine tout contre le fond du ballon, de façon qu'au cours du chauffage le mélange sulfo-chromique présent dans le ballon soit poussé dans la tubulure. Le bouchon rodé du ballon comprend un dispositif de suspension pour le petit récipient de verre dans lequel on pèse le produit à étudier. La capacité du ballon bouché est d'environ 145 ml, sa hauteur de 110 mm et le diamètre du fond de 50 mm. Le récipient de verre, recevant la substance à étudier, a une capacité d'environ 7 ml, une hauteur de 25 mm et un diamètre de 20 mm. La distance entre le fond de ce récipient et celui du ballon, pour l'appareil monté, est d'environ 7 mm.

Conditions d'expérience : la prise d'essai est de 200 mg de café torréfié moulu. L'échantillon est mouillé avec 1 ml d'eau distillée, puis suspendu dans le ballon contenant 5 ml de bichromate sulfurique et chauffé pendant 2 h à l'étuve à 105° C. La concentration du bichromate sulfurique est maintenue entre 1/10 et 1/15 N. Après chauffage, l'acide sulfurique est dilué avec 50 ml d'eau, le ballon est refroidi à la température ambiante, on ajoute alors 2 ml de solution d'iodure de potassium à 15 % et, au bout de 3 mn, on titre par la solution de thiosulfate de sodium N/10 avec l'amidon comme indicateur.

La valeur à blanc du bichromate sulfurique est établie dans les mêmes conditions.

Le bichromate sulfurique doit être versé avec le plus grand soin. Il semble pratique d'utiliser une micro-burette et une montre à dé clic ou de régler l'écoulement d'une micro-burette, de façon à pouvoir toujours obtenir, dans les mêmes conditions, 5 ml de bichromate sulfurique.

D'après ce procédé, l'oxydation des substances aromatiques ne suit aucune équation stœchiométrique. Ainsi, on ne peut obtenir des valeurs reproductibles qu'en maintenant des conditions d'expérience bien déterminées. L'indice d'oxydation A donne la teneur totale en substances aromatiques volatiles oxydables du café torréfié pour les conditions d'expérience choisies. On obtiendra une autre expression significative par une légère variation des conditions de recherche. Au lieu de mouiller le café avec de l'eau distillée, on utilisera une solution de carbonate de sodium. Ainsi les constituants acides seront retenus au cours de la distillation finale. L'indice d'oxydation décroît avec la diminution en parties oxydables des substances volatiles du café.

2. Indice d'oxydation B :

La technique est la même que pour la détermination

de l'indice d'oxydation A. La prise d'essai de café torréfié est mouillée dans le récipient avec 1 ml de solution de carbonate de sodium. Cette solution sodique est préparée par dissolution de 20 g de carbonate de sodium cristallisé dans 100 ml d'eau distillée.

On a rassemblé dans le tableau 1 les indices d'oxydation A et B pour des cafés torréfiés de diverses origines et de préparations variées. On donne également les rapports A/B et les différences entre les indices d'oxydation A et B pour les exemples choisis.

TABLEAU 1

Indices d'oxydation de cafés fraîchement torréfiés

Description	Indice d'oxydation		Indice d'oxydation A/B	Indice d'oxydation A-B
	A	B		
Café Colombie.....	6,15	4,0	1,54	2,15
Café Colombie Maragogype.....	7,25	4,35	1,66	2,90
Café Costa-Rica.....	6,25	4,30	1,46	1,95
Café Guatemala.....	5,40	3,95	1,37	1,45
Café Salvador.....	6,50	4,35	1,49	2,15
Café Santos.....	5,50	4,40	1,25	1,10
Café Angola.....	5,40	4,30	1,26	1,20
Café torréfié amélioré hygiéniquement.....	6,50	4,50	1,44	2,00
Café torréfié amélioré....	5,55	3,60	1,54	1,95
Café torréfié décaféiné ...	5,60	4,10	1,37	1,50

De nombreuses recherches sur le café torréfié, il ressort que l'indice d'oxydation A est généralement de l'ordre de 6,25 pour du café fraîchement torréfié par la méthode hambourgeoise. L'indice d'oxydation B est toujours inférieur. Pour du café fraîchement grillé de même torréfaction, sa valeur est d'environ 4,3. Pour du café normalement torréfié, on obtient toujours un rapport A/B supérieur à 1,0. Pour du café fraîchement torréfié, de bonne qualité, le rapport n'est jamais inférieur à 1,25.

L'indice d'oxydation B fournit la teneur en substances aromatiques volatiles, oxydables, non acides. Les différences entre les indices d'oxydation A et B ne nous apprennent rien sur la nature chimique de la fraction acide. Elles montrent cependant que la teneur en substances oxydables acides du café torréfié est très variable. Celle-ci est d'autant plus grande que l'indice d'oxydation A, pour une torréfaction normale, est plus élevé. Les différences les plus fortes ont été trouvées pour des cafés torréfiés fournissant des boissons au goût agréable.

Le tableau 2 montre l'influence du taux de torréfaction sur les substances aromatiques volatiles oxydables.

TABLEAU 2

Influence du taux de torréfaction
sur les indices d'oxydation

Description	Indice d'oxydation		Indice d'oxydation A/B	Indice d'oxydation A-B
	A	B		
Café Colombie				
à moitié torréfié	4,20	2,85	1,47	1,35
faiblement torréfié	4,90	3,55	1,38	1,35
normalement torréfié	5,95	4,70	1,27	1,25
fortement torréfié	5,65	4,70	1,20	0,95
surtorréfié	6,65	6,40	1,04	0,25

On en déduit que les indices d'oxydation A et B croissent avec le taux de torréfaction. L'indice d'oxydation B augmentant plus rapidement que l'indice d'oxydation A, leur différence diminue avec le taux de torréfaction et est la plus faible, comme dans l'exemple donné, pour le café surtorréfié. Pour des torréfactions très poussées, comme par les procédés italiens et français, la différence entre les indices d'oxydation A et B est très faible. On en déduit que le café fortement torréfié ne contient plus que de petites quantités de substances aromatiques volatiles acides pouvant être retenues par la solution de carbonate de sodium alcaline. Plus la différence entre les indices d'oxydation A et B est élevée, plus la teneur en constituants aromatiques volatils acides d'un café torréfié est grande.

Le tableau donne les résultats pour des cafés dont la torréfaction a été interrompue. On y remarque encore l'influence du taux de torréfaction sur la teneur en constituants aromatiques volatils acides.

TABLEAU 3

Constituants aromatiques acides de cafés
dont la torréfaction a été interrompue

Description	Indice d'oxydation		Indice d'oxydation A/B	Indice d'oxydation A-B
	A	B		
Café Tanganyika, produit intermédiaire	5,1	3,3	1,54	1,8
Café Tanganyika de torréfaction interrompue	6,7	4,1	1,64	2,6
Café Kenya				
1. Produit intermédiaire	3,4	2,8	1,21	0,6
2. Produit intermédiaire	4,3	3,45	1,25	0,85
Café Kenya de torréfaction interrompue	6,2	4,3	1,44	1,9

Au cours d'un stockage déficient, en peu de jours,

le café torréfié perd déjà jusqu'à 25 % de constituants aromatiques volatils oxydables. Les altérations de l'arôme sont inévitables, même dans des emballages sous-vide. La qualité du café torréfié diminue avec la perte des constituants aromatiques volatils. Comme ces variations influencent également les indices d'oxydation, on peut conclure à de basses qualités de café pour des indices d'oxydation fortement diminués, par exemple pour du café torréfié stocké. Ce jugement n'est pas modifié non plus par le fait que la diminution des éléments aromatiques est provoquée intentionnellement par des procédés techniques spéciaux afin de rendre le café torréfié plus digeste.

Dans la fabrication industrielle d'extraits de café en poudre, on se préoccupe sérieusement d'obtenir le plus possible de substances aromatiques. Malheureusement, dans les conditions actuelles de fabrication, cela n'est que très imparfaitement réalisable. Il n'est pas difficile de différencier l'extrait de café en poudre du café torréfié par leurs indices d'oxydation, tant les différences entre un extrait de café en poudre du commerce et un café normalement torréfié sont grandes. Le tableau 4 donne les résultats pour des extraits de café en poudre, les rapports A/B et les différences A-B.

TABLEAU 4

Indices d'oxydation d'extraits de café en poudre

Description	Indice d'oxydation		Indice d'oxydation A/B	Indice d'oxydation A-B
	A	B		
Extrait de café en poudre	7,05	6,20	1,14	0,85
— —	6,95	6,50	1,07	0,45
— —	6,80	6,20	1,10	0,60
— —	6,90	6,50	1,06	0,40
— —	7,30	6,55	1,11	0,75
— —	7,80	6,60	1,18	1,20

Les indices d'oxydation A sont généralement un peu plus élevés pour les extraits de café en poudre que pour le café torréfié moulu. Les indices d'oxydation B sont nettement supérieurs. Le rapport A/B fournit des valeurs très peu supérieures à 1. De même, comme le montrent les exemples, les différences entre les indices d'oxydation sont plus faibles que pour le café torréfié. On en déduit que, dans les conditions techniques de fabrication, les substances volatiles oxydables sont conservées en quantité réduite.

Le rapport des indices d'oxydation est très important pour l'appréciation des produits de café et plus particulièrement de la pureté de ces produits. Le tableau 5 donne les valeurs pour des extraits de café en poudre auxquels on a ajouté des hydrates de carbone.

TABLEAU 5

Indices d'oxydation d'extraits de café
en poudre mélangés à des sucres

Description	Indice d'oxy- dation A	Indice d'oxy- dation B	Indice d'oxy- dation A/B
Extrait de café en poudre + quantité égale d'hydra- tes de carbone.	6,30	7,85	0,80
—	5,90	8,15	0,72
—	5,80	6,70	0,87
—	5,20	6,40	0,81
—	3,40	4,50	0,76

Les indices d'oxydation A de ces produits sont peu différents de ceux d'extraits de café en poudre purs. Mais comme les indices d'oxydation B sont toujours supérieurs aux indices d'oxydation A, les rapports A/B sont inférieurs à 1,0. Il est ainsi possible de différencier facilement des extraits de café en poudre de ceux auxquels on a ajouté des sucres pour protéger l'arôme.

Les développements actuels concernent la recherche des constituants volatils oxydables légers dans des produits de torréfaction moulus et dans leurs extraits secs. Les indices d'oxydation constituent pour ces produits un complément d'appréciation avantageux, dans tous les cas où un rapport de fraîcheur et de qualité doit être présenté et où les différences entre des cafés torréfiés et des extraits de café en poudre, par exemple produits de torréfaction de café pur, et les mêmes avec des produits de remplacement, doivent être établies.

Dans la pratique cependant, l'obtention des constituants de l'arôme, dans des boissons de café torréfié commercial et dans des préparations d'extraits de café en poudre, est d'une grande signification. Pour déterminer l'indice d'oxydation de préparations de café, on utilise l'appareillage déjà décrit. Toutefois, pour déterminer les constituants facilement volatils, dans les mêmes conditions d'expérience, il faut, du fait de la quantité réduite de substances, concentrer à 1 ml plusieurs ml de la solution d'extrait. L'évaporation d'une grande partie de matière liquide, sans changement des conditions d'expérience, est obtenue par l'introduction de papier filtre dans le récipient de verre. De cette façon, la surface supérieure est si étendue que l'on peut évaporer 4 ml du liquide de la boisson en 2 h. La figure 2 représente l'introduction de papier filtre.

Fig. 2 — Introduction de papier filtre pour l'obtention de l'indice d'oxydation dans des préparations de café.

PROCÉDÉ DE TRAVAIL

4 ml, exactement, de la boisson sont versés dans le récipient de verre où l'on a disposé, préalablement, un papier filtre cylindrique (bande blanche) de 60 mm de longueur et 20 mm de diamètre. Après remplissage avec la solution d'extrait, le récipient est suspendu dans le ballon contenant exactement 5 ml de solution de bichromate de potassium sulfurique (N/10 à N/15) et on laisse à l'étuve à 105° C pendant 2 h. Après refroidissement, l'acide sulfurique est étendu par 50 ml d'eau distillée, refroidi de nouveau à la température ambiante, puis on ajoute 2 ml de solution d'iode de potassium à 15 % et au bout de 3 mn on titre par la solution de thiosulfate de sodium N/10 en présence d'amidon comme indicateur. Aussitôt après rinçage de l'acide adhérent, le récipient est séché à 105° C et finalement l'augmentation de poids est déterminée. L'augmentation de poids par rapport au poids à vide du récipient avec papier filtre donne la teneur en substances des 4 ml de préparation étudiés.

Par dosage en retour du bichromate sulfurique avec le thiosulfate de sodium N/10, on détermine la teneur en constituants volatils oxydables de 4 ml de préparation. En rapportant à 100 ml, on obtient la valeur à la tasse. En rapportant l'indice d'oxydation à 1 g d'extrait, on obtient l'indice d'arôme.

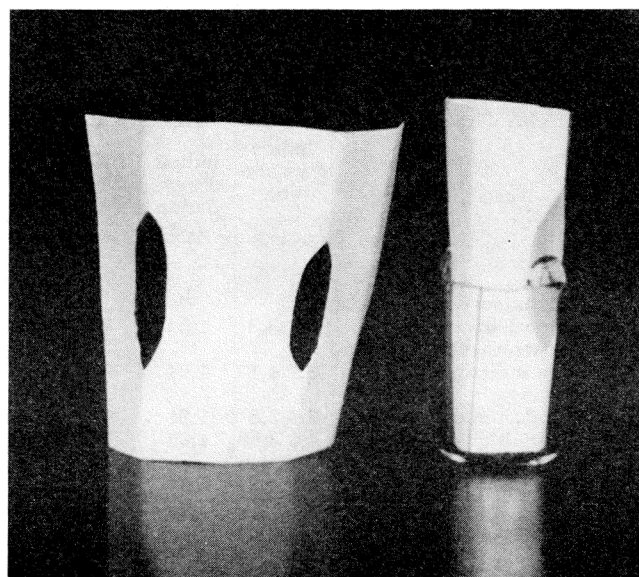
Calcul :

$$\text{Valeur à la tasse (pour 100 ml)} = (a-b) \times 25.$$

$$\text{Indice d'arôme/g d'extrait} = \frac{(a-b)}{E}.$$

a = valeur à blanc en ml de thiosulfate de sodium N/10 ;

b = nombre de ml de la solution de thiosulfate de sodium N/10 utilisés pour le dosage en retour.



E = extrait en g par différence de poids du récipient avec papier filtre avant et après le dosage.

Le tableau 6 rassemble les résultats pour des boissons obtenues par filtration avec 4 g de café torréfié et 100 ml d'eau.

TABLEAU 6

Valeurs à la tasse et indices d'arôme de boissons de café torréfié

Extrait de	Valeur à la tasse pour 100 ml de boisson	Extrait dans 100 ml de boisson en g	Indice d'arôme de 1 g d'extrait
Café Costa-Rica	35,0	0,993	35,4
Café Santos	33,2	0,877	38,1
Café Kenya A	34,8	0,925	37,8
Café East India	33,4	0,875	38,5
Café Salvador	31,5	0,892	35,5
Café Colombie excelso....	37,8	0,980	39,0
Mélange	30,2	0,742	41,0
Mélange décaféiné	25,0	0,650	38,5
Mélange stocké 3 mois en emballage fermé	32,0	0,900	35,5
Mélange stocké 3 mois en emballage fermé sous atmosphère de gaz carbonique	31,0	0,875	35,5
Mélange conservé peu de temps	31,5	0,940	33,5
Mélange conservé peu de temps	31,5	0,950	33,1

Par ce procédé, les substances des boissons, volatiles dans la vapeur d'eau, peuvent être bien mieux obtenues que par la détermination des indices d'oxydation du café torréfié moulu. Pour les boissons de café fraîchement torréfié obtenues par filtration, on a trouvé des indices d'arôme entre 35 et 39. Des recherches actuelles, on peut tirer, comme valeur moyenne d'indice d'arôme, entre 36 et 37 pour des boissons fraîches de cafés récemment torréfiés. Les valeurs à la tasse sont beaucoup plus fluctuantes que les indices d'arôme. Ceci est compréhensible, car les quantités extraites de café torréfié sont très différentes suivant les boissons. Pour 25 % d'extrait, la valeur à la tasse correspond à l'indice d'arôme.

La teneur en constituants volatils oxydables dépend beaucoup du procédé de préparation. Ainsi les boissons obtenues par cuisson de poudre de café avec de l'eau et par l'eau bouillante versée sur la poudre de café torréfié donnent des valeurs plus faibles que celles obtenues par filtration.

Le tableau 7 présente les résultats de recherches sur les variations de valeur à la tasse et d'indice d'arôme en fonction du procédé de préparation.

TABLEAU 7

Valeurs à la tasse et indices d'arôme de boissons de café préparées selon divers procédés

Description et procédé de préparation	Valeur à la tasse pour 100 ml de boisson	Extrait dans 100 ml de boisson en g	Indice d'arôme de 1 g d'extrait
a) Mélange de cafés torréfiés 1. Café torréfié avec eau dans le rapport 1 : 20, cuit pendant 5 mn, filtré et refroidi en vase clos.....	34,0	1,13	30,0
b) Mélange de cafés torréfiés 1. Café torréfié avec eau bouillante dans le rapport 1 : 20, lixivié 5 mn, filtré et refroidi en vase clos.	35,75	1,075	33,25
c) Mélange de cafés torréfiés 1. Café torréfié lixivié sur le filtre par de l'eau bouillante jusqu'au rapport 1 : 20, refroidi en vase clos.	36,25	0,95	38,20
d) id. comme c) Après repos 24 heures en vase clos à température ambiante	31,25	0,95	32,9

La teneur en substances volatiles oxydables ne diminue pas seulement par suite d'une conservation défavorable du café torréfié. Elle décroît aussi notablement en fonction des conditions d'obtention des extraits secs. Par conséquent, on ne peut fabriquer que peu de préparations aromatiques à partir de tels produits. On s'en rend bien compte d'après les valeurs notablement basses de valeurs à la tasse et d'indices d'arôme des boissons ainsi préparées.

Les valeurs à la tasse et les indices d'arôme pour des préparations effectuées avec des extraits de café en poudre du commerce sont rassemblés dans le tableau 8.

TABLEAU 8

Valeurs à la tasse et indices d'arôme de préparations d'extraits de café en poudre

Description	Valeur à la tasse pour 100 ml de boisson	Extrait dans 100 ml de boisson en g	Indice d'arôme de 1 g d'extrait
Extrait de café en poudre	19,3	0,930	20,1
— —	14,8	0,901	16,3
— —	16,8	0,930	18,1
— —	17,2	0,945	18,3

Dans de telles préparations, les indices d'arôme varient entre 16 et 20. La teneur en substances aromatiques volatiles oxydables est toujours plus faible que dans les préparations fraîches à partir de café fraîchement torréfié. Elle est même plus faible que dans les préparations faites avec du café torréfié mal conservé. Les différences entre les valeurs obtenues pour des boissons de cafés torréfiés frais et celles des extraits de café en poudre montrent qu'il est facile de savoir quel produit a servi à la préparation d'une boisson.

A partir d'un café torréfié d'indice d'oxydation A élevé, on obtient généralement, par le procédé de filtration, des boissons ayant de grands indices d'arôme.

Le tableau 9 donne les résultats pour un café fraîchement torréfié. Les indices d'oxydation A et B ont été déterminés sur des cafés torréfiés et les indices d'arôme sur les boissons obtenues.

TABLEAU 9

Indices d'oxydation et d'arôme dans des cafés torréfiés et leurs boissons

Description	Mélange de cafés torréfiés	
	1	2
Indice d'oxydation A	6,20	6,70
Indice d'oxydation B	4,25	4,30
Indice d'oxydation A	1,46	1,56
Indice d'oxydation B		
Valeur à la tasse pour 100 ml de boisson	34,0	34,7
Extrait dans 100 ml de boisson..	0,946	0,930
Indice d'arôme de 1 g d'extrait,	36,1	37,5

Ces deux cafés sont de qualité supérieure, ils ont été torréfiés à la manière de HAMBURG et triés deux fois à la main. La boisson de café torréfié ayant l'indice d'arôme le plus élevé a donné également le plus haut indice d'oxydation A.

Pour l'appréciation de cafés torréfiés, d'extraits de café en poudre et des boissons obtenues à partir de ces produits, on peut considérer les chiffres limites suivants : l'indice d'oxydation A d'un café fraîchement torréfié irréprochable se tient en général entre 6,0 et 6,5. Pour du café torréfié stocké, l'indice d'oxydation A est souvent inférieur à 5,3. L'indice d'oxydation B pour un café fraîchement torréfié par la méthode hambourgeoise est généralement de 4,3. Des indices d'oxydation B inférieurs à 4,0 prouvent un café faiblement torréfié et, supérieurs à 5,0, un café fortement torréfié ou surtorréfié.

Le rapport A/B est, pour le café torréfié, toujours supérieur à 1. Les rapports pour des cafés fraîchement et normalement torréfiés varient généralement entre 1,35 et 1,50. Pour les cafés stockés et fortement torréfiés les rapports sont inférieurs à 1,25.

On a trouvé, pour les extraits de café en poudre, des indices d'oxydation A voisins de ceux obtenus pour les cafés fraîchement torréfiés. Les indices d'oxydation B sont généralement plus faibles que les indices d'oxydation A. Pour des extraits de café en poudre, les rapports A/B sont toujours supérieurs à 1. Ces rapports sont toutefois rarement supérieurs à 1,15.

Pour les boissons de cafés fraîchement torréfiés, obtenues par le procédé de filtration, les indices d'arôme varient généralement entre 35 et 38. Les valeurs à la tasse correspondent aux indices d'arôme, lorsque les préparations contiennent 25 % d'extrait. En général, la valeur à la tasse, dépendante de l'extrait, oscille entre 26 et 32.

Les indices d'arôme et les valeurs à la tasse de préparations d'extraits de café en poudre du commerce vont de 16 à 20. On différencie nettement les boissons de café torréfié et d'extrait de café en poudre par leurs indices d'oxydation et d'arôme.

BIBLIOGRAPHIE

1. LEBBIN. — *Zeitschr. Öffentl. Chemie* 8, 455 (1902).
2. O. WYLER et O. HÖGL. — *Mitt. a. d. Gebiete Lebensmittel-Untersuchung u. Hygiene* 39, 351 (1948).

DISCUSSION

M. TELEGDY-KOVATS : Quelle est la reproductibilité de la méthode ? Car une évaluation correcte des extraits ne peut être faite que si le standard de déviation des résultats est faible. Une analyse complète, mathématique et statistique, semblerait souhaitable.

— M. WURZIGER : La reproductibilité de la méthode est bonne si l'on observe exactement les conditions. La méthode est très précise et permet facilement de voir si le café est pur ou s'il y a eu addition de succédanés.

M. SMITH : Les échantillons ont-ils été entraînés à la vapeur d'eau, comme dans la méthode de Wyler et Högl, ou entraînés par aspiration à la température ambiante comme dans la méthode de Fabre ? La distillation du café est susceptible de donner par hydrolyse des produits oxydables, d'où des résultats faux.

— M. WURZIGER : Dans cette méthode, les substances aromatiques diffusent hors du café et sont oxydées par le fluide d'absorption. La méthode repose sur le principe suivant lequel les substances aromatiques sont entraînées par la vapeur d'eau, puisque l'eau doit être ajoutée au café en poudre.

M. ALBANESE : Je suggère de faire un choix entre les trois solutions et de ne conserver qu'une méthode.

La méthode présentée pour le dosage des substances aromatiques du café et des boissons se différencie par son principe (diffusion, courant d'air ou d'azote à travers le café, distillation à la vapeur d'eau) et par le dosage (permanganate de potassium et bichromate de potassium en milieu neutre, alcalin ou acide). Là aussi on devrait se mettre d'accord pour mettre au point une seule méthode après comparaison de toutes les méthodes connues.

WURZIGER (J.). — **Substances aromatiques volatiles oxydables comme complément d'appréciation du café torréfié et de ses préparations.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 253-260, fig., réf.

La fraîcheur et la qualité d'un café torréfié sont, dans une grande mesure, déterminées par les substances aromatiques et gustatives. Une partie des substances aromatiques, qui donnent de la valeur au café, est volatile ou plus précisément volatile dans la vapeur d'eau.

Les indices d'oxydation ou d'arôme, obtenus par oxydation des substances aromatiques volatiles dans la vapeur d'eau à l'aide de bichromate d'acide sulfurique, permettent de porter une appréciation sur le café torréfié, la poudre d'extrait de café et les boissons qu'ils servent à préparer. Ces indices permettent de donner une base rationnelle à l'examen du café par la dégustation, jusqu'ici purement subjective.

Les méthodes de travail pour la détermination des indices d'oxydation ou d'arôme sont décrites et les facteurs les influençant sont commentés à l'aide d'exemples. Il existe une relation étroite entre l'indice d'oxydation du café torréfié et l'indice d'arôme d'une boisson filtrée préparée à partir de ce même café torréfié. Des cafés torréfiés frais avec des indices d'oxydation de 6,0 à 7,0 donnent, après le procédé de filtration, des boissons dont les indices d'arôme sont le plus souvent compris entre 36 et 38. Dans les poudres d'extrait de café vendues dans le commerce, on a trouvé les mêmes indices d'oxydation que dans les cafés torréfiés. Les indices d'arôme des boissons préparées à partir de poudres d'extrait de café ne se situent cependant, pour la plupart, qu'entre 15 et 20.

WURZIGER (J.). — **Oxidizable volatile aromatic substances as a complementary means of appreciating the quality of roasted coffee and roasted coffee preparations.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 253-260, fig., réf.

Freshness and quality of a roasted coffee are to a great extent determined by the smell and taste compounds. Part of the aromatic substances which give value to the coffee are volatile or volatile in steam.

Oxidization or flavour indices which are obtained by the oxidization of the steam volatile flavour compounds with bichromate sulphuric acid can be used to appreciate roasted coffee, coffee extract powder and beverages. The indices provide a reasonable basis for the examination of coffee by taste, which up until the present has been purely subjective.

WURZIGER (J.). — **Flüchtige oxydierbare Aromastoffe als Beurteilungsergänzung für Röstkaffee und Röstkaffe Zubereitungen.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 253-260, fig., réf.

Röstkaffeefrische und -Qualität werden weitgehend durch die Aroma- und Geschmacksstoffe bestimmt. Von den wertgebenden aromatischen Substanzen ist ein Teil flüchtig bzw. wasserdampfflüchtig.

Zur Beurteilung von Röstkaffee, Kaffee-Extraktpulver und den daraus bereiteten Aufgüssen eignen sich die Oxydation- bzw. Aromazahlen, die durch Oxydation der wasserdampfflüchtigen Aromastoffe mit Bichromat-Schwefelsäure erhalten werden. Die Zahlen ermöglichen, der bisher rein subjektiven Kaffeepfung durch Degustation eine greifbare Unterlage zu geben.

WURZIGER (J.). — **Sustancias aromáticas volátiles oxidables como complemento de apreciación del café tostado y de sus preparaciones.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 253-260, fig., réf.

La frescura y calidad de un café tostado quedan determinadas, en gran parte, por las sustancias aromáticas y gustativas. Parte de las sustancias aromáticas que proporcionan valor al café, es volátil o más precisamente volátil en el vapor de agua.

Los índices de oxidación o de aroma, obtenidos mediante oxidación de las sustancias aromáticas volátiles en el vapor de agua mediante bicromato de ácido sulfúrico, permiten dar una apreciación sobre el café tostado, el polvo de extracto de café y las bebidas que sirven para prepararlas. Dichos índices permiten obtener una base racional para el examen del café por la degustación, hasta ahora puramente subjetiva.

Methods for the determination of the oxidization or flavour indices are described and the factors influencing these indices are explained by means of examples. There is a close connection between the oxidization index found for a roasted coffee and the flavour index of a filtered brew prepared with the same roasted coffee. Fresh roasted coffees with oxidization indices between 6,0 and 7,0 after the filtration process produce a beverage the flavour index of which is nearly always between 36 and 38. The oxidization indices found in commercial coffee extract powder were the same as in roasted coffee. However the flavour indices of the beverages prepared with coffee extract powder amount only to 15-20.

Es werden die Arbeitsweisen zur Bestimmung der Oxydations- bzw. Aromazahlen beschrieben und an Beispielen beeinflussende Faktoren erläutert. Zwischen der Oxydationszahl für Röstkaffee und der Aromazahl eines aus dem gleichen Röstkaffee bereiteten Filtrationsgetränkes besteht eine enge Relation. Frische Röstkaffees mit Oxydationszahlen zwischen 6,0 und 7,0 liefern nach dem Filtrations-verfahren meist Getränke mit Aromazahlen um 36 bis 38. In handelsüblichen Kaffee-Extrakt-pulvern werden Oxydationszahlen auch ähnlich wie in Röstkaffees gefunden. Die Aromazahlen der Getränke aus Kaffee-Extraktpulvern liegen jedoch meist nur zwischen 15 und 20.

Los métodos de trabajo para la determinación de los índices de oxidación o de aroma quedan descritos y se comentan los factores que los influyen mediante ejemplos. Existe estrecha relación entre el índice de oxidación del café tostado y el índice de aroma de una bebida filtrada preparada a partir de este mismo café tostado. Diversos cafés tostados frescos con índices de oxidación de 6,0 a 7,0 proporcionan, después del procedimiento de filtración, bebidas cuyos índices de aroma están comprendidos, lo más frecuentemente, entre 36 y 38. En el polvo de extracto de café vendido en el comercio, se han hallado los mismos índices de oxidación que en los cafés tostados. Sin embargo, los índices de aroma de las bebidas preparadas a partir de polvo de extracto de café no se sitúan, generalmente, nada más que entre 15 y 20.



QUELQUES OBSERVATIONS SUR LES CARACTÉRISTIQUES ORGANOLEPTIQUES ET LA TECHNOLOGIE DES CAFÉS ROBUSTA *

L. TELEGDY KOVÁTS, M. SZILAS-KELEMEN, D. TÖRLEY

Institut de Chimie alimentaire, Université Polytechnique de Budapest

Il y a plus de 80 ans, BERNHEIMER publiait les premiers résultats de ses études sur les substances aromatiques du café. C'était le point de départ d'une succession de recherches qui ont été faites avec une opiniâtreté croissante ; mais, malgré la généralisation de l'emploi des dernières méthodes et techniques, la chromatographie en phase gazeuse par exemple, ces travaux n'ont pas été entièrement couronnés de succès.

La moindre difficulté réside dans le fait que l'arôme du café n'est pas constitué par un seul composé chimique, mais consiste en un grand nombre de composants dont la majorité se forme au cours de la torréfaction.



L'arôme du café, ou plus précisément l'arôme endogène du café, dépend donc de la torréfaction, du procédé de torréfaction utilisé. De plus, comme l'a fait remarquer M^{me} SZILAS, la qualité de l'arôme du café torréfié peut être améliorée et conservée plus longtemps grâce à certains procédés technologiques. Comme l'Europe Centrale était presque exclusivement consommatrice de cafés Arabica, les observations mentionnées furent d'abord faites sur ces cafés et sur des mélanges essentiellement constitués de variétés de *C. arabica*.

La situation a beaucoup changé par suite de l'importation de grandes quantités de cafés Robusta africains dans les pays d'Europe Centrale, en Hongrie notamment.

Ces cafés sont commercialisés soit purs, soit en mélanges. Tandis que la commercialisation et la consommation de *C. robusta* augmentaient, le public commença à critiquer l'odeur et le goût de ces cafés et des mélanges contenant du Robusta ; il les trouva parfois tout à fait déplaisants. En raison de ces plaintes, des recherches furent entreprises sur les substances aromatiques indésirables qui influencent à la fois l'odeur et le goût des cafés Robusta. Le tableau 1 donne une détermination type des caractéristiques organoleptiques, représentative de celles qui furent faites dans le cadre des études entreprises.

D'après nos observations faites sur un grand nombre d'échantillons de *C. robusta*, verts et torréfiés, ces cafés avaient réellement un goût et une odeur très désagréables. Tout d'abord, ces substances aromatiques déplaisantes peuvent être soit d'origine exogène, soit d'origine endogène, comme les substances aromatiques trouvées dans les graines oléagineuses utilisées pour l'alimentation telles que le soja, les graines d'abricot, etc... D'une manière générale, ces substances aromatiques désagréables d'origine endogène sont essentiellement des glucosides qui peuvent être éliminés par pyrolyse, torréfaction ou hydrolyse, ou même au moyen d'enzymes.

* Communication présentée en anglais.

TABLEAU 1

Détermination des caractéristiques organoleptiques des cafés Robusta n'ayant subi aucun traitement spécial

Echantillons	Caractéristiques organoleptiques			Autres observations
	Odeur	Goût	Couleur	
Cafés verts non traités	désagréable, pénétrante		teinte jaune	peu de grains attaqués par les insectes
Mêmes cafés torréfiés	odeur annexe désagréable	désagréable	marron normal	sujet à une brusque sur-torréfaction

TABLEAU 2

Détermination des caractéristiques organoleptiques des cafés Robusta ayant subi ou non un lavage préalable

Echantillons	Caractéristiques organoleptiques			Autres observations
	Odeur	Goût	Couleur	
Cafés verts non traités	désagréable pénétrante		teinte jaune	beaucoup de petites fèves brisées et attaquées
Cafés verts lavés	un peu moins désagréable		surface jaune clair	
Cafés torréfiés non traités	odeur annexe désagréable	arrière-goût désagréable	normale à 200°C	au-dessus de 200°, soudain noircissement
Cafés préalablement lavés, torréfiés	un peu moins désagréable	sans changement	normale à 200°C	»

Au cours de nos travaux, nous avons tout d'abord cherché à déterminer l'origine de l'arôme désagréable dans les échantillons de *C. robusta*. Les cafés furent examinés à l'état vert et torréfié, avant et après le traitement le plus simple qui soit, c'est-à-dire un lavage. Les résultats de nos examens sont résumés dans le tableau 2.

On peut encore voir ici que les cafés Robusta à l'état vert ont, par comparaison avec les Arabica, un goût désagréable ; en fait, certains d'entre eux ont une odeur lourde, pénétrante, violente. Par un lavage approprié cependant, non seulement la plus grande partie de la pellicule adhérent aux grains pourrait être éliminée, mais aussi les substances aromatiques désagréables. Ainsi le café traité préalablement donne après torréfaction un produit fini de qualité supérieure.

Mais, malgré le traitement préalable, l'arrière goût caractéristique des cafés Robusta est distinctement perceptible dans les boissons. Ces expériences permirent cependant de démontrer que l'odeur désagréable et peut-être le goût étaient d'origine sinon totalement du moins partiellement exogène. Ils peuvent probable-

ment être rapportés à une fermentation insuffisante ou à quelque autre traitement défectueux et peuvent être réduits par une manipulation plus soignée. Le lavage par lui-même n'a pas entraîné d'amélioration complète ou partielle du goût.

En ce qui concerne l'origine et la nature des substances aromatiques restant après lavage, même la littérature la plus récente ne donne pas de renseignements adéquats. Dans l'ouvrage de R. COSTE sur le café, P. NAVELLIER traite de la chimie du café et donne un certain nombre de renseignements sur la composition de différentes espèces et variétés de café. En soulignant les différences trouvées, et prouvées, entre *C. arabica* et *C. robusta*, on peut établir ce qui suit :

Les différents cafés verts contiennent environ la même quantité de substances extractibles solubles dans l'eau : 32,5-34 %. Mais les cafés d'Amérique du Sud avec des teneurs en lipides de 16-16,5 % sont supérieurs au Robusta du Congo, dont la teneur en lipides n'est que de 11 %. D'autre part, les cafés Robusta ont de plus fortes teneurs en substances insolubles avec de plus grands pourcentages de cellulose et hemicellulose : 47,5 % de

matières insolubles dans le Robusta et 42,9-43,5 % dans les cafés d'Amérique du Sud.

L'étude des groupes distincts de substances extraites a montré que dans les cafés Robusta il y a plus de caféine et d'acide chlorogénique et moins de trigonelline et de mannanes que dans les cafés Arabica. La différence observée dans la teneur en caféine est particulièrement frappante : en règle générale, les Robusta contiennent deux fois plus de caféine que les Arabica et la même différence se retrouve après la torréfaction. Tous ces résultats n'expliquent cependant pas l'origine endogène de l'arrière-goût caractéristique.

Laissant de côté les études analytiques, nous avons pour cette raison effectué des expériences technologiques dans le but d'éliminer l'arrière-goût. Les cafés lavés ont été soumis à différentes méthodes de traitement et pour permettre une meilleure comparaison on appliqua une torréfaction aux infra-rouges facilement reproductible. Les résultats sont indiqués dans le tableau 3.

TABLEAU 3

Détermination des caractéristiques organoleptiques de cafés Robusta ayant subi différents traitements

Conditions expérimentales	Caractéristiques organoleptiques		
	Odeur	Goût	Couleur Lovibond
Traitement 1	quelque amélioration	—	1,02/6,2
Traitement 2	devient plus mauvais	acide, désagréable	0,92/7,1
Traitement 3	agréable	goût agréable prononcé	0,92/7,1
Traitement 4	devient plus mauvais	fort arrière-goût acide	0,96/7,1
Traitement 5	pas d'amélioration	arrière-goût désagréable	1,00/7,1
Traitement 6	pas d'amélioration	arrière-goût désagréable	0,95/7,1
Traitement 7	quelque amélioration	léger arrière-goût	0,93/6,3
Traitement 8	l'odeur désagréable a disparu	arrière-goût	
Traitement 9	légère odeur annexe	arrière-goût	
Traitement 10	amélioration maximum	goût aromatique agréable	0,96/7,1
Traitement 11	relent annexe	arrière-goût	

Sur les onze traitements, dont les détails seront discutés plus tard en raison des brevets appliqués, les traitements n° 10 et n° 3 se sont révélés les meilleurs, car ils améliorent d'une façon notable le goût, l'odeur et la couleur des échantillons et de la boisson. Du fait de ces traitements, les odeurs insupportables, âcres et les arrière-goûts désagréables ont été éliminés. Les cafés Robusta torréfiés moulus ont donné des boissons d'un goût même agréable. Ils pourraient être consommés non mélangés et quand ils sont mélangés à d'autres cafés, leur arôme s'harmonise bien avec celui du mélange. On doit remarquer que dans les valeurs Lovibond que donne le tableau 3 pour caractériser la couleur de la boisson, le numérateur exprime le rapport rouge et jaune et le dénominateur la valeur bleue ; plus la valeur bleue est élevée, plus la couleur de la boisson est foncée. Les valeurs Lovibond peuvent être employées pour l'évaluation comparative des différentes techniques de torréfaction ; la méthode et le degré de torréfaction jouent notamment un rôle important dans l'amélioration de la qualité, en complétant et développant les effets des prétraitements chimiques ou physiques. En ce qui concerne ce problème, les données suivantes peuvent peut-être donner quelque information sur les changements produits respectivement par la torréfaction infra-rouge et traditionnelle.

TABLEAU 4

Détermination des caractéristiques organoleptiques des cafés Robusta après différentes torréfactions

Température de torréfaction °C	Goût	Couleur Lovibond
	a) Torréfaction habituelle, échantillon non traité	
170	désagréable, acide	0,70/4,0
180	goût de vert pénétrant, mauvaise odeur	0,90/5,2
190	acide	0,90/5,4
200	arrière-goût, degré de torréfaction adéquat	0,90/5,5
210	arrière-goût désagréable	0,91/8,6
220	déplaisant, trop torréfié	0,97/9,7
		noircissement soudain
	b) Torréfaction infra-rouge	
180	échantillons non traités ; quelques améliorations	1,00/6,2
190	échantillons traités ; goût très agréable	0,92/7,1
	et développement de l'odeur	0,96/7,1
195	arrière-goût et odeur ont disparu	0,96/8,6
200	trop torréfié	0,96/9,0

Le goût de la boisson est très influencé par la méthode et la température de torréfaction. Tandis qu'à 180° C

le goût des cafés brut et traité était très légèrement amélioré, la torréfaction infra-rouge à 190-195° C a permis d'obtenir des boissons d'excellente qualité et sans arrière-goût. La torréfaction traditionnelle n'a pas donné les mêmes résultats. En conséquence, la torréfaction infra-rouge vient en tête parmi les procédés visant à améliorer la qualité. Comme le goût et l'odeur de la boisson faite avec du café torréfié à une température supérieure à 195° C se sont montrés pauvres, il faut souligner l'importance du respect de la température de torréfaction suggérée.

Les expériences d'amélioration de la qualité appliquées au Robusta ont été répétées avec le café Arabica notamment avec celui de Colombie, d'Inde, de Minas

et de Santos, mais les traitements ne produisent aucun résultat favorable, en fait ils causèrent une détérioration de la qualité.

BIBLIOGRAPHIE

- COSTE R. — Les caféiers et les cafés dans le monde, Paris, 1959.
- KIRCHNER J. G. — La chimie des odeurs des fruits et des légumes. *Progrès dans la recherche de la nourriture*, 2, 259, 1949.
- SZILAS-KELEMEN M. — Über die qualitätssichernde Verpackung und Lagerung von gemahlenem Röstkaffee. *Die Nahrung*, 6, 488, 1962.

DISCUSSION

Le Président M. SMITH : Les cafés Robusta étaient pratiquement inconnus en Grande-Bretagne avant le début de la seconde guerre mondiale. Il est certain que leur saveur est moins bonne que celle des cafés Arabica, bien qu'à l'analyse on ait trouvé qu'ils contenaient davantage de composants essentiels (tels que la caféine et les solides solubles) que les cafés Arabica. Toutes les tentatives faites pour améliorer la saveur, telles que celles décrites par le Professeur TELEGDY-KOVATS, sont donc bien accueillies.

M. GREENWOOD-BARTON : Le Robusta préparé par voie humide est supérieur à celui préparé par voie sèche. Il serait intéressant de comparer un même Robusta préparé des deux façons ; cela révélerait sans doute les substances responsables du goût désagréable.

M. KADEN : Je propose que la discussion soit reportée après mon propre exposé sur le même sujet.

M. WILBAUX : Le traitement par voie humide nécessite la cueillette des seules cerises mûres. Par démulcinage mécanique, on peut préparer avec séchage rapide des cafés Robusta absolument neutres. Pour des raisons économiques, le Robusta est de plus en plus traité par voie sèche. Les conditions climatiques, l'épaisseur des couches, etc... influencent le produit marchand.

M. ESTEVES : Quel est le pourcentage de grains défectueux présents dans les échantillons étudiés et comparés ? Il est indispensable de connaître ce pourcentage pour pouvoir comparer les résultats.

— M. TELEGDY-KOVATS : Ce pourcentage est élevé.

M. MÜLLER : Des études organoleptiques ont été mentionnées ; quelle était la méthode utilisée ?

— M. TELEGDY-KOVATS : La méthode triangulaire, avec des personnes entraînées.

TELEGDY-KOVÁTS (L.), KELEMEN-SZILAS (M.), TÖRLEY (D.). — **Quelques observations sur les caractéristiques organoleptiques et la technologie des cafés Robusta.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 261-265, tabl., réf.

A la suite des importations massives de Robusta et des critiques des consommateurs, des études furent entreprises, en Hongrie, sur les substances aromatiques indésirables influençant l'odeur et le goût de ces cafés.

Les échantillons de Robusta furent examinés à l'état vert et torréfié, certains d'entre eux après avoir subi un lavage ; ceci permit de constater qu'un lavage approprié élimine la pellicule adhérent aux grains et les substances aromatiques désagréables ; après torréfaction, le café lavé donne une boisson supérieure à celle provenant des cafés non lavés. Cependant, ce traitement est insuffisant pour faire disparaître l'arrière-goût caractéristique des Robusta. Il montre toutefois qu'odeur et goût déplaisants sont au moins partiellement d'origine exogène.

Les différences existant entre la composition chimique des Arabica et celle des Robusta n'expliquent pas l'origine endogène de l'arrière goût caractéristique de ces derniers. Aussi des expériences technologiques furent-elles faites : les cafés verts lavés furent soumis à différents traitements, dont le détail ne peut encore être donné en raison des brevets auxquels ils ont donné lieu, puis soumis à une torréfaction aux infra-rouges.

Deux de ces traitements améliorèrent le goût de façon notable. La méthode et le degré de torréfaction influencent aussi la qualité, comme le prouvent des expériences comparatives de torréfactions ordinaires et de torréfactions aux infra-rouges. Les traitements qui améliorent les Robusta détériorent les Arabica.

TELEGDY-KOVÁTS (L.), KELEMEN-SZILAS (M.), TÖRLEY (D.). — **Several observations on the organoleptic characteristics and technology of the Robusta coffees.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 261-265, tabl., réf.

Following extensive imports of Robusta coffee and various criticisms of the consumer, research investigations were carried out, in Hungary, on the undesirable aromatic substances that influence the smell and taste of these coffees.

Samples of Robusta were examined both in the green state and after roasting, and some of them after having been submitted to a washing process. It was observed that following appropriate washing the spermoderm adhering to the coffee beans and the unpleasant aromatic substances were eliminated, and after roasting, the washed coffee produced a better beverage than that derived from non-washed coffee. However, this treatment is insufficient to remove the characteristic by-taste of the Robusta coffees. Nevertheless, it shows that unpleasant smell and taste is at least partially of an exogenous origin.

The differences that exist between the chemical composition of the Arabica and Robusta coffees do not provide an explanation of the endogenous origin of the characteristic by-taste of the latter. Hence, technological experiments were carried out: washed green coffee was submitted to different treatments, details of which cannot at present be given owing to the question of patents, and it was also submitted to roasting by infra-red rays.

Two of these treatments considerably improved the taste. The method and degree of roasting also influence quality, as proved by comparative experiments of ordinary roasting processes and roasting by infra-red rays. The treatments that improved the Robusta coffees deteriorated the Arabica coffees.

TELEGDY-KOVÁTS (L.), KELEMEN-SZILAS (M.), TÖRLEY (D.). — **Einige Bemerkungen über die geschmacklichen Kennwerte und die Technologie der Kaffeessorten Robusta.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 261-265, tabl., réf.

Nach der umfangreichen Einfuhr von Robusta und auf Grund der Kritik der Verbraucher sind in Ungarn Untersuchungen über die unerwünschten aromatischen Stoffe durchgeführt worden, welche den Geschmack und den Geruch dieser Kaffeessorten beeinflussen.

Es sind rohe und geröstete Robusta-Probe und einige davon nach einem Waschen untersucht worden. Es konnte dadurch festgestellt werden, dass durch ein zweck-mässiges Waschen das an den Bohnen haftende Häutchen und die unangenehmen aromatischen Stoffe entfernt werden können. Nach dem Rösten ergibt der gewaschene Kaffee ein besseres Getränk als der ungewaschene. Jedoch ist diese Behandlung unzureichend um den kennzeichnenden Nachgeschmack des Robusta-Kaffees zu beseitigen. Sie beweist aber, dass der unangenehme Geruch und Geschmack zumindestens teilweise exogenen Ursprungs sind.

Die zwischen Arabica und Robusta bestehenden Unterschiede der chemischen Zusammensetzung sind keine Erklärung für den endogenen Ursprung des kennzeichnenden Nachgeschmacks bei diesen letzteren. Deshalb sind technologische Untersuchungen angestellt worden: die gewaschenen grünen Kaffeessorten sind verschiedenen Behandlungen unterzogen worden, welche hier nicht im einzelnen aufgeführt werden können, da die Patente noch nicht erteilt sind, schliesslich folgt ein Rösten mit infra-rot.

Zwei dieser Behandlungen bringen eine wesentliche Verbesserung des Geschmacks. Die Methode und der Grad des Röstens haben auch einen Einfluss auf die Güte, wie dies aus vergleichenden Versuchen mit üblicher Röstung und mit infra-roter Röstung hervorgeht. Die Behandlungen welche beim Robusta eine Verbesserung bringen, sind beim Arabica abträglich.

TELEGDY-KOVÁTS (L.), KELEMEN-SZILAS (M.), TÖRLEY (D.). — **Algunas observaciones sobre las características organolépticas y la tecnología de los cafés Robusta.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 3, juil.-sept. 1963, p. 261-265, tabl., réf.

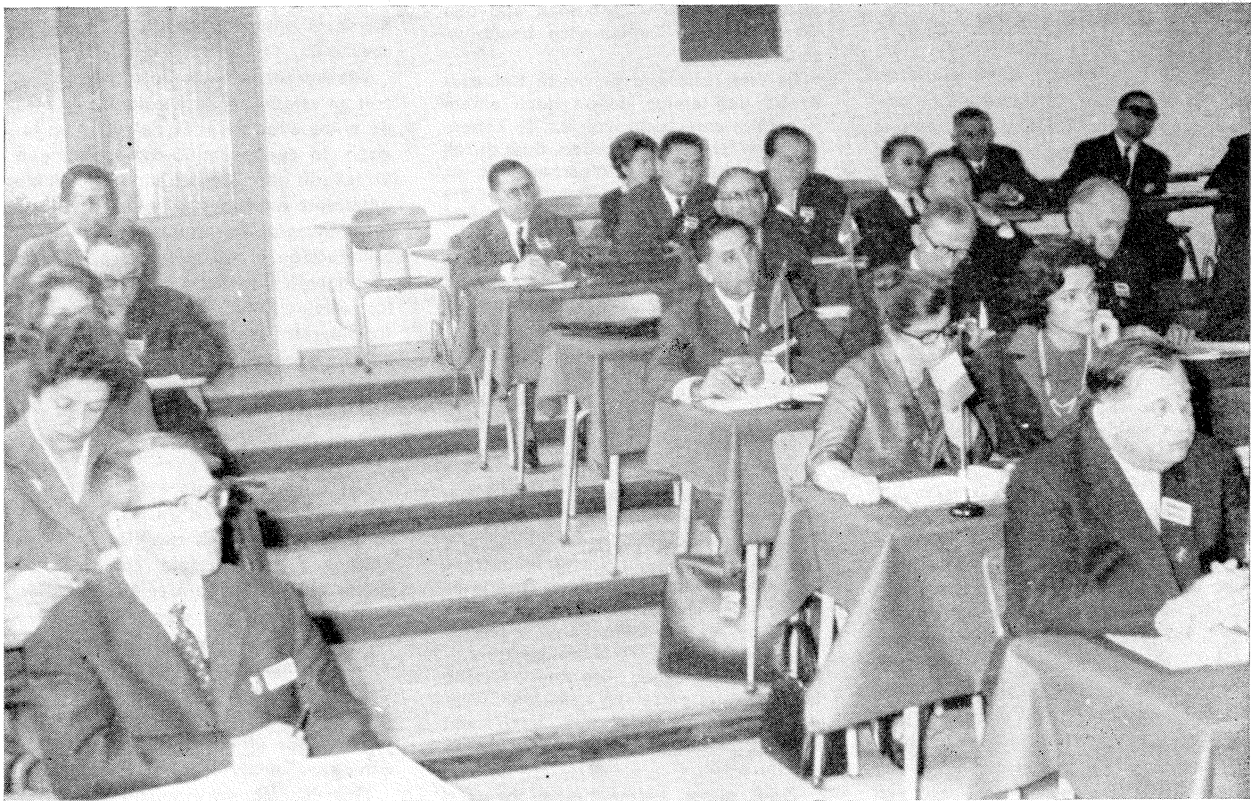
Debido a las importaciones masivas de Robusta y a las críticas de los consumidores, en Hungría se han emprendido ciertos estudios sobre las sustancias aromáticas indeseables que influyen el olor y gusto de los cafés en cuestión.

Las muestras de Robusta se analizaron en estado verde y tostado, algunas de entre ellas después de sufrir un lavado, lo cual permitió comprobar que un lavado adecuado elimina la película adherente a los granos y las sustancias aromáticas desagradables; después de torrefacción, el café lavado proporciona una bebida superior a la procedente de los cafés no lavados. No obstante, dicho tratamiento es insuficiente para que desaparezca el gusto característico de los Robusta, sin embargo, demuestra que el olor y sabor desagradables son por lo menos parcialmente de origen exógeno.

Las diferencias que existen entre la composición química de los Arabica y la de los Robusta no explican el origen endógeno del gustillo característico de los últimos. Por ello, se ha procedido a experiencias de tipo tecnológico: los cafés verdes lavados fueron sometidos a diferentes tratamientos, cuyo detalle no se puede ofrecer todavía debido a las patentes a que han dado lugar y por último a una torrefacción con rayos infrarrojos.

Dos de dichos tratamientos mejoraron el sabor de manera notoria. El método y grado de torrefacción influyen también en la calidad, como lo prueban las experiencias comparativas de torrefacciones normales y torrefacciones con rayos infrarrojos. Los tratamientos que mejoran los Robusta deterioran los Arabica.





Vue partielle de la salle de conférence pendant une réunion du colloque.



P. NAVELLIER

SUGGESTIONS

POUR L'EXPRESSION DES RÉSULTATS

DES ANALYSES DE CAFÉ

P. NAVELLIER et R. BRUNIN

Laboratoire municipal de la ville de Paris

Le présent colloque a pour objet d'amorcer un travail de collaboration internationale pour une meilleure connaissance de la chimie du café et de ses dérivés. Nous serons donc amenés à faire des analyses et à comparer les résultats en fonction des divers échantillons examinés, des méthodes utilisées, des problèmes mis à l'étude.

Or, lorsque l'on consulte la littérature, il est souvent difficile d'interpréter et de comparer les résultats présentés par les auteurs en raison de la diversité des modes d'expression utilisés. Les résultats sont rapportés tantôt au produit brut, tantôt à la matière sèche. Lorsqu'il s'agit de café torréfié, la perte de poids à la torréfaction n'est pas toujours mentionnée et, lorsqu'elle figure, l'indication des teneurs en eau du café vert initial et du café torréfié obtenu est souvent omise.

L'objet du présent exposé est de souligner les critères auquel un échantillon doit répondre afin qu'il puisse être valablement analysé, puis de proposer, pour permettre l'interprétation et la confrontation des résultats, un mode conventionnel d'expression qui pourra évidemment être discuté, mais que nous souhaitons voir unifier, et enfin d'indiquer un calcul destiné à faciliter la présentation numérique souhaitée.

Conditions à remplir par l'échantillon

L'échantillon sur lequel les prises d'essai seront effectuées doit être **représentatif, homogène et authentique**.

Pour être **représentatif**, l'échantillon sera constitué par une portion du lot de produits à examiner, de même composition que l'ensemble du lot envisagé. Si ce lot est peu important, il sera soigneusement homogénéisé par mélange avant la prise d'échantillon. S'il est important, une série de prélèvements primaires, effectués dans divers points du lot, seront mélangés, et un échantillon réduit sera prélevé sur le mélange de ces prélèvements primaires. C'est le cas du prélèvement d'une « Commune » de café. Remarquons qu'il est également possible d'examiner séparément chacun de ces prélèvements primaires et d'en déduire par le calcul statistique la composition moyenne du lot. Cette dernière méthode exige un plus grand nombre d'examen de laboratoire, mais elle a l'avantage de renseigner sur l'homogénéité du lot considéré.

Une fois l'échantillon prélevé, il doit conserver son caractère de représentativité jusqu'au moment de son analyse. Il faut donc s'opposer à toute modification

de sa composition (par exemple à la variation de sa teneur en eau) en adoptant les moyens appropriés pour son emballage, sa conservation, son transport.

Au laboratoire, l'échantillon sera rendu **homogène** avant toute prise d'essai analytique. Une première homogénéisation peut être réalisée en procédant au mélange convenable des grains, mais, si l'on désire prélever quelques décigrammes ou quelques grammes pour faire un dosage, il est indispensable de broyer l'échantillon et de mélanger soigneusement la poudre obtenue, pour l'homogénéiser. Or il est difficile de réaliser correctement cette opération. Si l'échantillon est très humide, l'échauffement dû au broyage provoque une perte d'eau. Si l'échantillon est très sec, l'exposition de sa poudre à l'air favorise la fixation d'humidité. Dans les deux cas, l'échantillon cesse d'être représentatif. Des précautions particulières, sur lesquelles nous n'insisterons pas ici, sont indispensables pour éviter ou corriger la perte de représentativité de l'échantillon au moment où, on le prépare pour l'analyse.

Enfin, il est souvent indispensable de s'assurer, avant tout examen, que l'échantillon dont on dispose est bien **authentique**, c'est-à-dire qu'il provient effectivement du lot que l'on veut apprécier. Un échantillon

peut être substitué à un autre par erreur, ou même intentionnellement par fraude. Chaque échantillon doit donc être placé, dès le prélèvement, dans un récipient convenablement étiqueté et clos, éventuellement scellé. Il pourra être accompagné d'un procès verbal destiné à l'authentifier, ou simplement à préciser sa nature, son origine, l'objet de la demande d'analyse, etc.

Expression des résultats

Nous venons de voir que l'humidité d'un même échantillon peut varier sous diverses influences. Il est donc nécessaire de toujours doser l'eau. Par ailleurs, un café soumis à la torréfaction subit une perte de masse (ou de poids), dite « part du feu », qui a deux origines : l'évaporation de l'eau contenue dans le café vert et la transformation d'une partie de sa matière sèche en matières volatiles, qui s'échappent en fumée.

Nous proposons donc :

1° De rapporter systématiquement les résultats analytiques à la matière sèche de l'échantillon, qu'il s'agisse de café vert ou de café torréfié.

CALCUL DU BILAN DE LA TORRÉFACTION D'UN CAFÉ

Référence de l'échantillon	
I — Données expérimentales de la torréfaction	
Masse de café vert brut mis en œuvre	M_v
Masse de café torréfié brut obtenu	M_t
Teneur en eau du café vert en grains (p. 100)	E_v
Teneur en eau du café torréfié en grains (p. 100)	E_t
Teneur en eau du café vert pulvérisé (p. 100)	e_v
Teneur en eau du café torréfié pulvérisé (p. 100)	e_t
Volume apparent du café vert mis en œuvre	V_v
Volume apparent du café torréfié obtenu	V_t
Durée de la torréfaction
Température maxima
II — Calcul des coefficients	
— Rendement brut, p. 100	$R_b = \frac{M_t}{M_v} \times 100$
— Perte de masse brute, p. 100 (dite « part du feu »)	$P_b = 100 - R_b$
— Rendement net sur sec, p. 100	$R_n = \frac{M_t (100 - E_t)}{M_v (100 - E_v)} \times 100 = R_b \frac{100 - E_t}{100 - E_v}$
— Perte de masse nette, p. 100	$P_n = 100 - R_n$
— Gonflement apparent, p. 100, en volume	$G = \frac{V_t - V_v}{V_v} \times 100$
— Coefficients de correction des résultats analytiques obtenus à partir de prises d'essai de l'échantillon pulvérisé, pour les rapporter à l'échantillon supposé sec :	
Café vert pulvérisé	$K_v = \frac{100}{100 - e_v}$
Café torréfié pulvérisé	$K_t = \frac{100}{100 - e_t}$
— Calcul de la valeur a' d'un résultat a , primitivement exprimé en g pour 100 g de café torréfié supposé sec, pour le rapporter à 100 g du café vert mis en œuvre, supposé sec :	
.....	$a' = a \times \frac{P_b}{100}$

III — Résultats du bilan

	Echantillons tels quels (pulvérisés)		Echantillons supposés secs				
	vert	torréfié	vert	torréfié	g p. 100 g de café vert sec mis en œuvre	Variations de masse observées après torréfaction	
	g p. 100 g	g p. 100 g	g p. 100 g	g p. 100 g		Différence absolue (V-III)	Différence relative p. 100 du constituant (V-III)
I	II	III	IV	V	VI	VII	
Eau et matières volatiles (à 103° ± 1°C)							
Matière sèche							
Cendres							
Extrait éthéré (éther de pétrole)							
Azote total (en N)							
Caféine anhydre							
Autres matières azotées, exprimées en protéines (Ntotal - Ncaféine) × 6,25							
Extrait aqueux (digestion à 80°C)							
pH de la solution aqueuse							
.....							
.....							
.....							
.....							
.....							
.....							
.....							
.....							
.....							

Fac-similé du modèle de bulletin d'analyse

2° Lorsque l'on étudie l'influence de la torréfaction, de rapporter en outre les résultats obtenus sur le café torréfié à la quantité correspondante de café vert (supposé sec) mise en œuvre. Ceci implique la récupération quantitative des grains après torréfaction, puisque les pertes seront attribuées aux matières volatilisées. Pour faciliter les calculs et harmoniser leur présentation, nous suggérons d'employer les symboles et les coefficients suivants :

a) DONNÉES EXPÉRIMENTALES

Masse du café vert brut mis en œuvre	M_v
Masse du café torréfié obtenu	M_t
Teneur en eau du café vert en grains (p. 100)	E_v
Teneur en eau du café torréfié en grains (p. 100)	E_t
Teneur en eau du café vert après broyage (p. 100)	e_v
Teneur en eau du café torréfié après broyage (p. 100)	e_t

b) COEFFICIENTS

Rendement brut (p. 100) :

$$R_b = \frac{M_t}{M_v} \times 100$$

Perte de masse brute (p. 100)
(dite « part du feu ») :

$$P_b = 100 - R_b$$

Rendement net sur sec (p. 100) :

$$R_n = \frac{M_t (100 - E_t)}{M_v (100 - E_v)} \times 100$$

$$= R_b \frac{100 - E_t}{100 - E_v}$$

Perte de masse nette (p. 100) :

$$P_n = 100 - R_n$$

Coefficients de correction par lesquels il y a lieu de multiplier les résultats analytiques obtenus à partir de prises d'essai effectuées sur les échantillons broyés supposés secs pour les rapporter à l'échantillon initial supposé sec :

Café vert broyé :

$$K_v = \frac{100}{100 - e_v}$$

Café torréfié broyé :

$$K_t = \frac{100}{100 - e_t}$$

Calcul de la valeur a' d'un résultat numérique a , primitivement exprimé en g p. 100 g de café torréfié supposé sec, pour le rapporter à 100 g du café vert mis en œuvre, supposé sec :

$$a' = a \times \frac{R_n}{100}$$

Remarque : l'emploi de ces coefficients facilite les calculs, car chacun d'eux peut être utilisé pour les diverses déterminations effectuées au cours d'une analyse.

Des exemples numériques ont été publiés antérieurement dans « *Café Cacao Thé* », n° 3, juillet-septembre 1961, et n° 1, janvier-mars 1962.

NAVELLIER (P.), BRUNIN (R.). — **Suggestions pour l'expression des résultats des analyses de cafés.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 317-320, fig.

Les résultats numériques des analyses de cafés, verts ou torréfiés, sont exprimés tantôt par rapport à la matière sèche, tantôt par rapport au produit tel quel. En outre, les analyses de café torréfié ne mentionnent pas toujours la valeur de la perte à la torréfaction. Avec ces différents modes d'expression, on obtient des résultats dont la comparaison exige souvent des calculs supplémentaires, et reste parfois irréalisable.

Les auteurs proposent d'unifier la présentation des résultats en les rapportant systématiquement à la matière sèche et éventuellement, dans le cas des cafés torréfiés, à la matière sèche du café vert initial.

Ils indiquent le calcul des coefficients qui facilitent cette expression des résultats, et présentent un modèle de bulletin d'analyse conforme à ces suggestions.

NAVELLIER (P.), BRUNIN (R.). -- **Suggestions for the means of expressing the results of coffee analyses.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 317-320, fig.

The numerical results for the analyses of green or roasted coffees are given on the one hand with regard to the dry matter, and on the other with regard to the raw product. Furthermore, the analyses of roasted coffee do not always mention the value of the loss during roasting. The result of these various different means of expressing the results is that a number of additional calculations are necessary in order to be able to compare them, and in some cases this is not possible.

The authors suggest standardizing the presentation of the results by expressing them systematically with regard to the dry matter and in the case of roasted coffee to the dry matter of the initial raw coffee.

They point out the calculation of coefficients which facilitate the expression of the results, and present a model for the analysis sheet devised to suit these suggestions.

NAVELLIER (P.), BRUNIN (R.). — **Vorschläge für die Ausdrucksweise der Ergebnisse von Kaffee-Analysen.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 317-320, fig.

Die zahlenmässigen Ergebnisse der Analysen an rohem oder geröstetem Kaffee werden entweder auf die Trockenmasse oder auf das Produkt im Ausgangszustand umgerechnet. Weiterhin wird in den Analysen des gerösteten Kaffees nicht immer der Wert des Röstverlustes angegeben. Wegen dieser verschiedenen Ausdrucksweisen der Ergebnisse sind zusätzliche Rechnungen für Vergleiche oftmals erforderlich, soweit ein Vergleich überhaupt möglich ist.

Die Verfasser schlagen vor, der Ausdruck der Ergebnisse zu vereinheitlichen und die Werte auf die Trockensubstanz, evtl. bei gerösteten Kaffees auf die Trockensubstanz des ursprünglichen Rohkaffees zu beziehen.

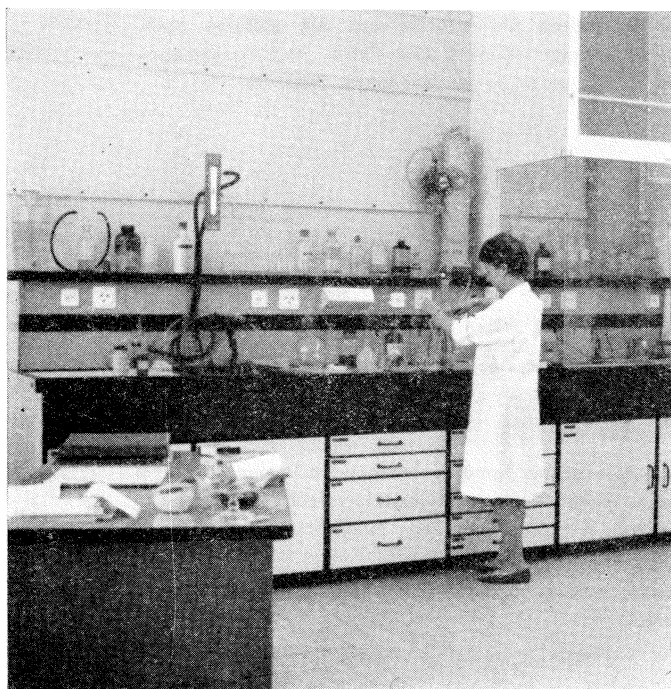
Sie geben die Berechnung von Koeffizienten an, mit denen diese Ausdrucksweise der Ergebnisse erleichtert wird und zeigen ein dieser Vorschläge entsprechendes Vorbild für einen Analysenzettel.

NAVELLIER, (P.) BRUNIN (R.). — **Sugerencias para la expresión de los resultados de los análisis de cafés.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 317-320, fig.

Los resultados numéricos de los análisis de cafés, verdes o tostados, figuran tanto con relación a la materia seca, como en relación al producto bruto. Por otra parte, los análisis de café tostado no mencionan siempre el valor de la pérdida en la torrefacción. De estos diferentes modos de expresión se deducen resultados cuya comparación requiere frecuentemente cálculos adicionales, y permanece a veces irrealizable.

Los autores proponen unificar la presentación de los resultados relacionándolos sistemáticamente con la materia seca y, eventualmente, en el caso de los cafés tostados, con la materia seca del café verde inicial.

Indican el cálculo de los coeficientes que facilitan dicha expresión de los resultados, y presentan un modelo de boletín de análisis conforme a estas sugerencias.



Laboratoires de chimie de l'IFCC

COMPOSITION DU CAFÉ BOISSON EN FONCTION DU TRAITEMENT APPLIQUÉ AU CAFÉ VERT AVANT LA TORRÉFACTION *

(1^{re} Communication)

F. ALBANESE

Laboratoire Central de la Société HAG (Brême)

L'industrie du café s'est considérablement développée au cours des dix dernières années, tant en ce qui concerne la préparation du café vert dans les pays producteurs qu'en ce qui concerne son traitement dans les pays importateurs. Décaféination (1), étuvage du café vert (2), différents procédés de torréfaction (3), balayage du café torréfié par l'acide carbonique (4) et non parmi les moindres la fabrication d'extrait de café ne sont que quelques exemples de ce développement particulièrement important en République fédérale, où en 1962 la consommation de café par habitant atteignait 4 kg. La part du café décaféiné dans cette quantité est de 2 %, celle du café étuvé (1) n'est que de 1 % (2).

Dans le domaine du café, la recherche est effectuée d'une façon qui n'est ni systématique ni courante, ce qui a par exemple pour conséquence qu'aucune composition sûre bien définie des cafés verts et torréfiés n'a été établie.

Cet état de choses doit entre autres être attribué aux faits suivants :

- a) Les chercheurs ont utilisé des méthodes d'analyses différentes ;
- b) Chaque chercheur n'étudie qu'un composant déterminé du café ou un groupe de composants ;

* Communication présentée en allemand, reprise d'une étude publiée dans *Deutschen-Lebensmittel-Rundschau*.

(1) Cette dénomination a, au cours des 5 dernières années, été complétée par les expressions « naturellement doux », « particulièrement digestible », « pauvre en acide » (29).

(2) Ces indications ont été fournies par une étude de marché.

c) Par suite des différences dans les périodes de récolte, les méthodes de traitement et les durées de stockage des divers pays producteurs, les sortes de café analysées n'ont pas fourni aux chercheurs un matériel de départ unifié.

Ces défauts ne sont cependant pas les seuls. Jusqu'ici très peu de chercheurs seulement se sont occupés du dosage des constituants d'un café boisson d'usage courant dans les foyers (5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12). A ceci s'ajoute le fait que les fabricants qui utilisent les nouveaux procédés éveillent, par une publicité souvent démesurée relative à l'action physiologique du café, de fausses idées chez les consommateurs. Les connaissances insuffisantes des médecins sur la composition exacte du café boisson conduisent également dans beaucoup de cas à une interprétation contradictoire de l'action du café.

Ce n'est que récemment qu'ont été entreprises quelques recherches sur l'action physiologique exercée par différents cafés traités sur des rats (13, 14) et sur des hommes (15, 19, 20). Ces travaux devraient permettre de déterminer dans quels cas et dans quelle mesure un café boisson préparé à partir de café normal contenant de la caféine, de café étuvé contenant de la caféine et de café étuvé décaféiné pourrait exercer une action néfaste sur le cœur, l'estomac, la bile et le foie.

D'autres chercheurs ont essayé, en exploitant la littérature (16) et en se basant sur leurs propres analyses (17, 28), de prouver chimiquement la digestibilité des cafés traités et non traités. Mais dans ces recherches aussi il n'a été tenu compte que de quelques constituants comme caféine, acide chlorogénique, matières grasses et mercaptans. D'autre part, l'ordonnance sur le café ne donne aucune indication ou règle générale selon

lesquelles les cafés traités (à l'exception du café décaféiné) devraient répondre à des données analytiques déterminées. Il est également impossible aux experts officiels compétents de porter un jugement sur les cafés « digestibles » circulant dans le commerce, car il n'existe pas suffisamment de méthodes d'analyses appropriées.

Afin de supprimer les insuffisances précédemment indiquées, nous avons décidé de doser, par une série d'analyses systématiques, le plus grand nombre des constituants présents dans un café boisson préparé à partir de café original et de café traité. Dans cette première communication nous indiquons les méthodes utilisées et les résultats obtenus pour une sorte de café.

Méthodes

Le café analysé était un café lavé de Colombie, désigné comme suit, selon la méthode de traitement appliquée :

— **Colombie normal** : café original, contenant de la caféine, torréfié sans traitement,

— **Colombie étuvé** : café traité à la vapeur d'eau pendant 1 heure sous 2 atmosphères d'après le procédé LENDRICH, séché et torréfié, contenant de la caféine.

— **Colombie décaféiné** : café étuvé et décaféiné selon le procédé HAG, puis torréfié.

Les trois cafés ont été torréfiés au même degré dans un torréfacteur de 5 kg. Une boisson à 5 % a été obtenue de la façon suivante :

Sur 5 g d'un café moulu selon le procédé ménager, on verse 100 ml d'eau distillée bouillante, on laisse infuser 10 minutes, puis on filtre. De cette solution, on prélève différentes quantités pour l'analyse.

Les constituants suivants ont été dosés :

- a) caféine
- b) acide chlorogénique
- c) substances solubles dans l'éther éthylique
- d) tannins
- e) substances extractibles totales
- f) acides totaux (indice d'acide)
- g) pH
- h) substances aromatiques totales (indice d'arôme)
- i) hydrates de carbone totaux
- j) trigonelline
- k) corps albuminoïdes
- l) sels minéraux (cendres)
- m) potassium
- n) méthylmercaptan
- o) mannane

TABLEAU I

Constituants dans 100 ml d'une boisson à 5 %	Café de Colombie normal contenant de la caféine	Café de Colombie étuvé contenant de la caféine	Café de Colombie étuvé et décaféiné
Caféine.....	59,00 mg	59,00 mg	3,20 mg
Acide chlorogénique.....	214,00 mg	208,00 mg	198,00 mg
Substances solubles dans l'éther éthylique (a)	55,00 mg	49,00 mg	35,00 mg
Tannins.....	89,00 mg	68,00 mg	49,00 mg
Substances extractibles totales.....	1.106,00 mg	1.098,00 mg	1.031,00 mg
Acides totaux (b).....	5,95	5,85	5,78
pH (c).....	5,13	5,05	5,10
Substances aromatiques totales (d).....	9,76	8,92	8,58
Hydrates de carbone totaux.....	267,00 mg	255,00 mg	230,00 mg
Trigonelline.....	54,63 mg	54,63 mg	53,52 mg
Corps albuminoïdes.....	63,31 mg	76,25 mg	55,44 mg
Sels minéraux.....	131,00 mg	136,00 mg	135,60 mg
Potassium (e).....	58,00 mg	59,00 mg	70,00 mg
Méthylmercaptan (f).....	62,47 gamma	55,81 gamma	47,80 gamma
Mannane.....	72,00 mg	60,20 mg	39,3 mg

Résultats

Les résultats de nos analyses sont résumés dans le tableau I ci-contre ;

(a) Aux substances solubles dans l'éther éthylique appartiennent entre autres de petites quantités de matières grasses, de cire, de diterpènes libres, des substances azotées (produits de condensation de Maillard), n-Heptacosane, n-Nonacosane et Sylvestrène.

(b) Par « acides totaux » ou « indice d'acide », on entend le nombre de ml d'n/10 NaOH qui sont nécessaires pour amener 100 ml d'un café boisson à 5 % au pH 6,7.

(c) Comme indice d'acide, on indique le pH d'un café boisson à 5 % à 20 °C.

(d) On désigne par « substances aromatiques » le nombre de ml de n/10 KMnO₄ qui a été utilisé par les substances aromatiques extraites par distillation de la vapeur d'eau de 100 ml d'un café boisson à 5 %.

(e) Cet élément a été dosé en raison de son importance physiologique pour le régime alimentaire quotidien de l'Homme.

(f) Selon les dernières analyses, on ne trouva que du méthylmercaptan dans le café torréfié (18). Des analyses sont en cours afin de vérifier ces résultats à l'aide d'une méthode sélective.

Tous les résultats donnés au tableau I sont une valeur moyenne d'au moins trois dosages.

Conclusions

1. Des résultats de nos analyses, il ressort que l'étuvage provoque d'une part une diminution des tannins, des substances solubles dans l'éther éthylique, des hydrates de carbone, de l'acide chlorogénique, des substances aromatiques, du méthylmercaptan et du mannane, mais que d'autre part il conduit à une augmentation des corps albuminoïdes ou amino-acides ; la caféine, la trigonelline, le pH et les sels minéraux restent presque inchangés.

2. Après étuvage et décaféination, la caféine, les tannins, les substances solubles dans l'éther éthylique, les hydrates de carbone, le mercaptan et le mannane ont fortement diminué. La quantité de substances aromatiques, les substances extractibles totales et l'acide chlorogénique baissent légèrement après ce processus, tandis que le potassium augmente. Le pH, les acides totaux, la trigonelline et les sels minéraux restent presque inchangés.

Ces constatations fournissent une première base chimique à l'action physiologique des cafés traités. Les substances les plus actives sont indiquées dans le tableau II ci-dessous. L'action du café original non traité fut prise comme base de comparaison avec 100 %, tandis que pour le café décaféiné étuvé et le café étuvé non décaféiné les valeurs indiquées expriment le pourcentage de leur action relative.

A ceci, il faut ajouter que les constituants que nous avons dosés séparément, comme les corps albuminoïdes ou amino-acides et les hydrates de carbone se trouvent dans la boisson sous une forme dite combinée. Ces produits de combinaison entre hydrates de carbone et amino-acides ou produit de dédoublement des corps albuminoïdes sont connus sous les noms de produits de Maillard ou substances de brunissement. On leur attribue une importance physiologique, qui n'a pas encore été suffisamment étudiée. Nos analyses ont justement indiqué une teneur en hydrates de carbone et en corps albuminoïdes ou amino-acides plus faible dans un café décaféiné que dans un café original non traité et que dans un café étuvé, ce qui entraîne une diminution des substances de brunissement.

La teneur en potassium d'un café décaféiné est d'autre part d'environ 20 % (1) plus élevée que celle d'un café original ou étuvé. Ce fait est d'une extrême importance lorsque l'on pense que le potassium doit être considéré comme l'un des éléments minéraux les plus importants de l'alimentation.

En ce qui concerne la possibilité de différencier chimiquement par l'analyse un café étuvé contenant de la

(1) Cette teneur plus élevée en potassium est à attribuer au procédé de fabrication.

TABLEAU II

Café	Caféine %	Substances solubles dans l'éther éthylique %	Methyl- mercaptan %	Acide chlorogé- nique %	Tannins %	Mannane %
Colombie original contenant de la caféine	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Colombie étuvé contenant de la caféine..	100,0	89,2	89,4	97,1	76,4	83,6
Colombie étuvé décaféiné.....	5,4	63,5	76,5	88,2	55,0	54,5

caféine, j'indique, pour les experts officiels et la nouvelle ordonnance sur le café, le dosage des substances solubles dans l'éther éthylique, des tannins, des corps albuminoïdes et du mannane. Les résultats du travail rapporté ci-dessus doivent cependant être complétés et confirmés par les analyses d'autres sortes de café et de leurs mélanges. Le dosage des autres constituants du café boisson, qui fera l'objet de notre prochaine communication, doit aussi être effectué.

BIBLIOGRAPHIE

1. D. R. P. 198 279 (1905).
2. D. R. P. 576 515 (1927).
3. DBP 1 011 267 (1961).
4. DBP 1 009 006 (1958).
5. MOSIMANN, W., HÖGL, O. — Mitteilungen aus dem Gebiet der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene 51, Nr. 4, 266-292 (1960).
6. SEGALL, S., PROCTOR, B. E. — *Food Technology* 13, Nr. 7, 383-384.
7. CLEMENTS, R. L., DEATHERAGE, F. E. — *Food Research* Nr. 22, 222-232 (1957).
8. MABROUK, A. F., DEATHERAGE, F. E. — *Food Technology* 10, Nr. 4, 194-197 (1956).
9. NATARAJAN, C. P., BHATIA, D. S. et coll. — *Food Science* 7, Nr. 3, 53-55 (1958).
10. NATARAJAN, C. P. et coll. — *Food Science* 7, Nr. 2, 27-29 (1958).
11. THALER, H. — *Zeitschrift für Lebensmittel-Untersuchung und -Forschung* 110, Nr. 6, 442-449 (1959).
12. MERRIT, M. C., PROCTOR, B. E. — *Food Research* 24, Nr. 6, 735-743 (1959).
13. CZOK, G. — *Medizin und Ernährung* 2, Nr. 10, 229-230 (1961).
14. CZOK, G., LANG K., KIECKEBUSCH, W. — *Arznei-mittel-Forschung* 12, Nr. 12, 1195-1198 (1962).
15. APEL, G., SCHENCK, V. — *Ärztliche Forschung* 15, Nr. 1, I/18-I/32 (1961).
16. KÜHNE, P. — *Medizin und Ernährung* 3, Nr. 11, 254-258 (1962).
17. KADEN, O. F. — *Medizin und Ernährung* 3, Nr. 4, 94-96 (1962).
18. ZLATKIS, A., SIVETZ, M. — *Food Research* 25, Nr. 3, 395-398 (1958).
19. LANDGREBE, B. — *Die Medizinische Welt*, Nr. 27/28, 1486-1490 (1960).
20. BUHR, G. — *Ärztliche Forschung* 12, Nr. 12, I/584-I/590 (1958).
21. ALBANESE, F. — *Zeitschrift für Lebensmittel-Untersuchung und -Forschung* (en cours de publication).
22. WEISS, L. C., STEERS, A. W. — *Journal Assoc. Off. Agric. Chemists* 38, Nr. 3, 619-621 (1955).
23. WEISS, L. C. — *Journal Assoc. Off. Agric. Chemists* 36, Nr. 3, 663-670 (1953).
24. MOORES, R. G., McDERMOTT, D. L., WOOD, T. R. — *Analytical Chemistry* 20, Nr. 7, 620-624 (1948).
25. *Methods of Analysis* A. O. A. C. VIII, 1955, p. 241.
26. GREENBAUM, F. R. — *Tea and Coffee Trade Journal* Nr. 8, 40-42 (1955).
27. KOGAN, L., DICARLO, F. J., MAYNARD, W. E. — *Analytical Chemistry* 25, Nr. 7, 1118-1120 (1953).
28. MENDEN, E., MÜLLER, B., SCHIFFMANN, A. — Publikation aus dem Institut für Ernährungswissenschaft der Justus Liebig-Universität Giessen/Medizinisch-Literarischer Verlag Dr. Blume & Co. Hamburg (1959).
29. WURZIGER, J. — *Kaffee & Tee Markt*, 11, Nr. 10, 5-16 (1961).
30. THALER, H. — *Kaffee & Tee Markt*, 11, Nr. 11, 5-10 (1961).
31. THALER, H. — *Zeitschrift für Lebensmittel-Untersuchung und -Forschung* 110, Nr. 6, 442-449 (1959).

DISCUSSION

M. KADEN : Je félicite M. ALBANESE pour son travail qui est le premier dans ce domaine. Je peux confirmer que le café décaféiné est toujours plus pauvre en mercaptan.

ALBANESE (F.). — **Composition du café boisson en fonction du traitement du café vert avant la torréfaction.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 321-325, réf.

On a étudié la composition de la boisson obtenue avec des cafés traités avant torréfaction selon différents procédés. On a dosé la plus grande partie des constituants solubles dans l'eau comme : caféine, acide chlorogénique, substances solubles dans l'éther éthylique, tannins, substances extractibles totales, acides totaux, pH, substances aromatiques totales, hydrates de carbone totaux, trigonelline, substances protéiques, sels minéraux, potassium, méthylmercaptan et mannane.

Le matériel ayant servi de base aux analyses était un café de Colombie lavé, une fois traité à la vapeur et une autre fois traité à la vapeur et décaféiné.

A partir des résultats des essais, on a déterminé les bases chimiques de l'action physiologique d'un café contenant de la caféine et traité à la vapeur et d'un café décaféiné également traité à la vapeur, par rapport à celle d'un café non traité.

Cette action doit être principalement attribuée à la caféine, à l'acide chlorogénique, aux substances solubles dans l'éther éthylique, aux tannins, aux substances de brunissement, au méthylmercaptan et au mannane. Quelques points de repère sont indiqués pour différencier chimiquement le café traité à la vapeur du café original.

ALBANESE (F.). — **Composition of the coffee beverage in connection with the treatment applied to raw coffee previous to roasting.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 321-325, réf.

Composition of the brew obtained from coffee treated before roasting according to various processings was studied.

Most of the soluble constituents such as : caffeine, chlorogenic acid, ethyl-ether soluble substances, tannins, total extractable substances, total acids, pH, total aromatic substances, total carbohydrates, trigonelline, proteinic substances, mineral salts, potassium, methylmercaptan and mannane were determined.

The material analysed was a washed Colombian coffee, treated first with steam, then steam-treated and decaffeinated.

The results of these tests made it possible to determine the chemical basis of the physiological effect of a steam-treated coffee containing caffeine and of a decaffeinated coffee likewise treated with steam as compared with untreated coffee. This effect is mainly due to caffeine, chlorogenic acid, ethyl-ether soluble substances, tannins, browning substances, methylmercaptan and mannane.

Certain reference marks are given to differentiate chemically between steam-treated coffee and the original product.

ALBANESE (F.). — **Zusammensetzung des Kaffeeaufgusses in Abhängigkeit von der Behandlung des Rohkaffees vor der Röstung.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 321-325, réf.

Die Zusammensetzung des Kaffeeaufgusses der vor der Röstung nach verschiedenen Verfahren behandelten Kaffees wurde untersucht. Die grösste Anzahl der wasserlöslichen Bestandteile, wie Coffein, Chlorogensäure, äthylätherlösliche Substanzen, Tannine, gesamte Extraktivstoffe, gesamte Säure, Säureindex, gesamte Aromastoffe, gesamte Kohlenhydrate, Trigonellin, Eiweisskörper, Mineralsalze, Kalium, Methylmercaptan und Mannan wurde bestimmt. Das Ausgangsmaterial für die Untersuchungen war ein gewaschener Columbia, der einmal gedämpft und einmal gedämpft und entcaffeinert wurde. An Hand der Versuchsergebnisse wird die physiologische Wirkung des gedämpften coffeinhaltigen und des gedämpften coffeinfreien Kaffees im Vergleich zu unbehandeltem Kaffee chemisch untermauert. Die Wirkung ist hauptsächlich auf das Coffein, die Chlorogensäure, die äthylätherlöslichen Substanzen, die Tannine, die Bräunungsstoffe, das Methylmercaptan und das Mannan zurückzuführen. Einige Anhaltspunkte für die chemische Unterscheidung zwischen gedämpftem und originalelem Kaffee werden angegeben.

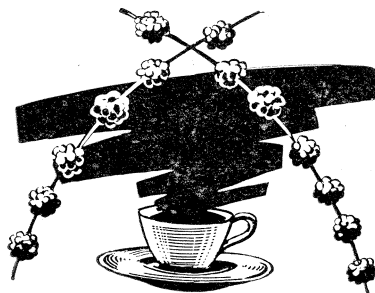
ALBANESE (F.). — **Composición de la bebida de café en función del tratamiento del café verde antes la tostadura.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 321-325, réf.

Se ha estudiado la composición de la bebida obtenida con los cafés tratados antes la tostadura según varios procedimientos. La mayor parte de los componentes hidrosolubles fueron dosificados : cafeína, ácido clorogénico, substancias solubles en el etiléter, taninos, substancias totales facil de extraer, acidos totales, pH, substancias aromáticas totales, carbohidratos totales, trigonelina, substancias proteicas, sales minerales, potasio, metilmercaptán y manano.

El material de base para los análisis era un café de Colombia lavado, una vez tratado con el vapor, otra vez tratado con el vapor y decaffeinado.

A partir de los resultados de los ensayos se determinaron las bases químicas de la acción fisiológica de un café con cafeína tratado con el vapor y de un café decaffeinado también tratado con el vapor, comparándolos con café no tratado.

Esta acción debe atribuirse principalmente a la cafeína, al ácido clorogénico, a las substancias solubles en el etiléter, a los taninos, a las substancias responsables de la coloración parda, al metilmercaptán y al manano. Indícanse varios puntos de referencia para distinguir químicamente el café tratado con el vapor y el café no tratado.



QUELQUES OBSERVATIONS SUR LE GOÛT DU CAFÉ LIBÉRIA ET DU CAFÉ SOLUBLE EN POUDRE OBTENU A PARTIR DE CETTE ESPÈCE

J.-E. HEESTERMAN

Institut Royal des Régions Tropicales, Amsterdam

Le Surinam (Guyane hollandaise) produit presque uniquement du café Libéria de l'espèce *Coffea liberica* Bull.

Les critiques faites au sujet du goût de ce café sont bien connues, néanmoins cette variété se vendait en Norvège, où elle semblait appréciée. Depuis quelques années cependant, ce pays n'est plus acheteur de café Libéria, sans doute en raison d'un traité commercial bilatéral avec le Brésil.

Nous avons essayé de déterminer les facteurs responsables de ce goût désagréable, dans le but de trouver des moyens d'amélioration.

On déclare généralement le café Libéria trop acide. On a aussi pensé que la fermentation pouvait être responsable de ce goût spécial. Il est bien connu que la pulpe du café Libéria, plus épaisse que celle d'autres espèces de café, a besoin d'une fermentation assez prolongée pour obtenir un démulcinage complet et il serait très possible que cette fermentation soit à l'origine du goût désagréable.

Nous avons employé pour nos recherches sept échantillons de café Libéria (de *Coffea liberica* Bull) et deux échantillons de café *Coffea canephora* Pierre. Ces neuf échantillons provenaient de Surinam et nous les avons obtenus des planteurs par l'intermédiaire de la station expérimentale agricole de Paramaribo, Surinam. Les neuf échantillons représentaient le produit de sept plantations. En outre, nous avons inclus dans nos recherches un échantillon de café Arabica provenant de Bahia, Brésil. Sur ces sept échantillons de café Libéria, cinq

avaient été démulcinés avec la méthode traditionnelle de fermentation, les deux autres avaient été obtenus à l'aide d'un procédé mécanique, effectuant en une seule opération le démulcinage, le démulcinage et le lavage. Les deux échantillons de café non fermenté venaient de deux plantations : l'une avait complètement aboli la fermentation, l'autre employait le premier procédé aussi bien que le second.

Tous les échantillons ont été analysés à l'état vert et torréfié. Des extraits alcooliques et des extraits aqueux ont été préparés à partir de ces échantillons verts et torréfiés et nous avons déterminé le pH initial de tous les extraits, ainsi que l'acidité par titration potentiométrique jusqu'au pH 10.

L'échantillon de café Arabica n'a cependant été examiné que torréfié.

En général, nous n'avons pas trouvé que l'acidité du café Libéria, vert ou torréfié, est réellement différente de l'acidité des autres cafés. Nous donnons à titre d'exemple les chiffres pour le pH initial de l'extrait aqueux du café torréfié.

Pour les échantillons de café Libéria fermenté, ces chiffres sont 5,6, 5,5, 5,5, 5,5 et 5,4, moyenne 5,5.

Pour les échantillons de café Libéria non fermenté, nous avons trouvé 5,35 et 5,5.

Pour les deux échantillons de café Canephora, ces chiffres étaient 5,5 et 5,6 ; pour le café Arabica 5,5.

Il est intéressant d'examiner tous les chiffres donnés par les échantillons de café Libéria venant de la plantation qui emploie les deux procédés de préparation :

Désignation	Démucila- ginage mécanique	Démucila- ginage par fer- mentation durant 24 heures
Café vert, extrait alcoo- lique		
pH initial	6,35	6,4
acidité par titration.....	21,5	18,3
Café vert, extrait aqueux		
pH initial	6,1	6,4
acidité par titration.....	34,2	22,0
Café torréfié, extrait alcoo- lique		
pH initial	4,6	4,65
acidité par titration.....	10,1	10,2
Café torréfié, extrait aqueux		
pH initial	5,35	5,6
acidité par titration.....	37,4	30,2

Note : l'acidité par titration a été calculée en ml d'alcalihydroxyde 1 normal pour 100 g de café.

Ces chiffres montrent clairement que la fermentation ne cause pas une augmentation de l'acidité du produit.

Par contre, jugé sur les chiffres d'acidité par titration, l'échantillon fermenté est moins acide que l'échantillon non fermenté, au moins si l'on compare les chiffres des extraits aqueux. La raison en est probablement que pour le café fermenté la durée du lavage doit être plus longue que pour le café non fermenté.

Nos conclusions (basées sur tous les chiffres et pas seulement sur ceux cités plus haut) sont :

1. Le café Libéria fermenté n'a pas une acidité plus élevée que celle du café Libéria non fermenté.

2. Les deux groupes d'échantillons de café Libéria n'ont pas une acidité plus élevée que celle des autres cafés. En général, l'acidité des trois espèces de café est environ la même.

3. Les objections des consommateurs contre le goût du café Libéria ne sont donc pas basées sur l'acidité de ce produit.

Nous avons aussi demandé l'opinion de deux experts-courtiers, spécialisés dans le commerce et l'expertise du café, sur les deux échantillons de café Libéria, dont l'analyse détaillée a été donnée plus haut (deux échantillons de la même plantation, l'un fermenté, l'autre non).

Les experts n'avaient reçu aucune indication sur la différence existant entre ces échantillons, outre le fait que le procédé de préparation était différent. L'un d'eux ne trouva aucune différence entre les goûts des deux échantillons ; l'autre rapporta qu'il y avait quelque différence, mais ne pouvait exprimer une préférence. Il ajoutait cependant que ni l'un ni l'autre de ces deux échantillons n'était acceptable pour le marché européen

en général (sauf la Norvège). Ce marché norvégien pour le café Libéria est très remarquable ; ce sont les pêcheurs des régions du Nord qui aiment le goût, désigné en hollandais par le mot « geil ». Ce goût est en général considéré comme un défaut. Chose bizarre, dans nos échantillons, d'après les experts, ce goût n'était pas suffisamment développé pour qu'ils puissent plaire aux pêcheurs norvégiens.

D'autre part, on a aussi essayé de résoudre les difficultés des planteurs de café Libéria de Surinam par la fabrication de poudre sèche de l'extrait aqueux de ce café. Nous avons reçu deux échantillons de ce produit à base de café Libéria de Surinam et on nous a demandé de faire un sondage auprès des consommateurs sur le goût et l'arôme de ce café soluble.

L'examen microscopique indiquait que ces poudres avaient été préparées par atomisation. Cependant nous n'avons pas reçu d'informations précises sur la méthode de fabrication. La couleur du second échantillon était plus brun foncé que celle du premier, probablement parce qu'un peu plus torréfié. Les producteurs considéraient le second produit comme amélioré par rapport au premier ; nous avons trouvé cependant que les consommateurs n'avaient en moyenne pas de préférence.

Ce qui est très remarquable, c'est que le goût typique, et en général défavorable, du café Libéria ne se retrouve pas dans ces deux échantillons de poudre sèche d'extrait de café. D'autre part, on pourrait dire que le goût est assez neutre et n'a pas un caractère réel de café. Mais beaucoup de poudres comparables du commerce n'ont pas réellement non plus le goût de café.

Nous avons donc sondé l'opinion du public sur le goût de nos produits de café Libéria.

Nous avons d'abord pris des mélanges à quantités égales du produit de café Libéria et de produits bien connus dans le commerce de détail et nous avons comparé ces mélanges avec des échantillons pur de ce produit commercial.

Pour chaque comparaison nous avons envoyé aux membres de notre groupe de consommateurs ces deux échantillons sans donner aucune indication sur leur identité. Nous leur avons demandé d'exprimer leur opinion sur les échantillons, en employant une échelle de chiffres, 5 représentant une qualité très bonne, 1 une qualité très mauvaise et 3 une qualité moyenne, qui donne une satisfaction raisonnable.

Après avoir examiné de cette manière l'opinion des consommateurs sur les mélanges avec des marques commerciales courantes, nous avons aussi examiné de la même manière l'opinion des consommateurs sur les produits de café Libéria pur.

Nos conclusions sont :

De l'opinion des consommateurs, il y a très peu de différence entre les deux échantillons de poudre sèche de l'extrait de café Libéria.

Le produit représenté par ces deux échantillons est

sans aucun doute acceptable pour le marché hollandais. Une seule des marques commerciales courantes lui a été préférée.

Les mélanges du produit de café Libéria avec des quantités égales de plusieurs produits commerciaux courants comparables ont été jugés par les consommateurs comme aux moins égaux aux produits du commerce qui avaient servi à la constitution des mélanges.

Dans certains cas même, le mélange de poudre de

Libéria avec un des produits commerciaux obtenait une appréciation en moyenne un peu plus favorable que le produit du commerce qui avait été employé pour faire le mélange.

En résumé, la poudre sèche de l'extrait aqueux du café Libéria peut sans doute être introduite sur le marché hollandais, soit comme produit pur, soit en mélange avec des produits analogues, courants dans le commerce en ce moment.

DISCUSSION

Le Président M. SMITH : J'aimerais savoir ce que le terme « acidité » signifie quand un dégustateur l'emploie pour décrire un café. Est-il juste de penser que les acides volatils sont probablement davantage à l'origine de cette propriété que les acides non volatils, y compris l'acide chlorogénique ?

M. GREENWOOD-BARTON : rapporte une expérience similaire faite par le « Tropical Products Institute » de Londres sur du café soluble Liberica provenant de Guyane britannique ; l'odeur désagréable disparaît presque complètement après l'opération de « freeze drying » et l'on obtient un produit presque exempt du goût libérica :

Les expériences faites au « Tropical Products Institute » pour préparer du café instantané à partir de grains de café Liberica sont la conséquence d'une question posée il y a trois ans par le Service de l'Agriculture de la Guyane britannique.

L'Institut fut informé que la variété de caféier cultivée en Guyane britannique était le Liberica et que le sol tourbeux sur lequel il pousse ne convenait guère à d'autres cultures rémunératrices. La production de café avait augmenté dans ce pays et une petite quantité en avait été exportée.

Les autorités de la Guyane britannique demandèrent à l'Institut de résoudre les questions suivantes :

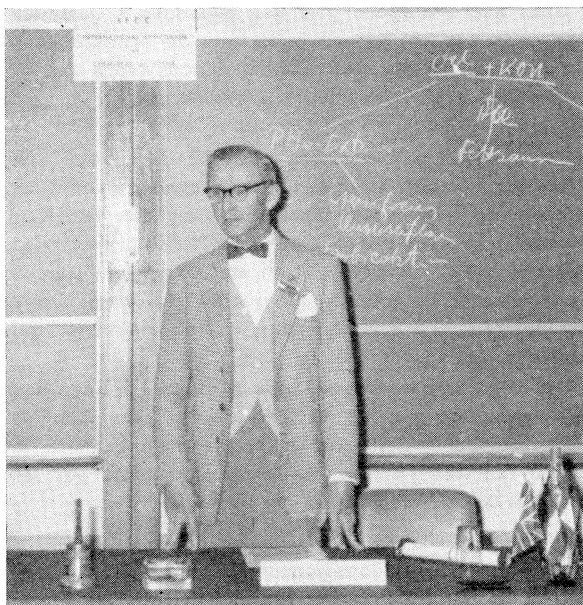
- a) *Est-ce que le café Liberica convient à la préparation de café instantané comparable au café instantané de marque ?*
- b) *Quelles sont les méthodes employées dans la fabrication commerciale du café instantané ?*
- c) *Quelles sont la taille des usines et les investissements qu'entraîne la production commerciale ?*

L'Institut a répondu aux questions b) et c) et en ce qui concerne la question a), il a suggéré de faire des expériences.

Le Service de l'Agriculture de la Guyane britannique a accepté cette suggestion et a demandé à l'Institut de préparer de petites quantités de café instantané en poudre avec divers mélanges de café Liberica de Guyane britannique et de Robusta.

En temps voulu, la Guyane britannique a envoyé du café Liberica et Robusta. Le café Robusta cependant provenait de Trinidad. Les deux types de café ont été légèrement torréfiés, puis moulus ; ce café moulu a été utilisé pour préparer trois sortes d'extraits liquides, qui ont été séchés par lyophilisation dans une usine mobile (Mitchell Engineering Co). Les poudres ont alors été emballées sous une atmosphère d'azote et envoyées en Guyane britannique.

Le produit séché par lyophilisation avait l'apparence de petites particules dorées, brillantes, cristallines, contrastant avec les poudres foncées du commerce, obtenues par séchage par atomisation. Il était instantanément soluble dans l'eau et donnait une boisson aussi foncée que celle des cafés de marque. La poudre faite entièrement avec du Liberica avait aussi presque totalement perdu (de façon surprenante) la saveur désagréable de la boisson faite avec du café Liberica, fraîchement torréfié et moulu, tandis que dans les poudres obtenues à partir des deux mélanges de Robusta et de Liberica on ne pouvait déceler la saveur du Liberica. En fait, le procédé de séchage avait amélioré



L. H. GREENWOOD-BARTON

la saveur de façon très sensible. On sait que le séchage par atomisation a un effet semblable sur le café Robusta, mais c'était la première fois qu'on constatait l'amélioration du café Liberica par le séchage par lyophilisation.

De plus, quand la boisson additionnée de lait a été goûtée, on l'a considérée comme bonne, selon les critères du Royaume-Uni.

Lorsqu'on examine ces résultats, il ne fait aucun doute que les grains de café Liberica conviennent à la production de la poudre de café instantané.

HEESTERMAN (J. E.). — **Quelques observations sur le goût du café Libéria et du café soluble en poudre obtenu à partir de cette espèce.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 326-330.

Le Surinam (Guyane hollandaise) produit presque uniquement du café Libéria de l'espèce *Coffea liberica* Bull.

Les critiques faites au sujet du goût de ce café sont bien connues, néanmoins cette variété se vendait en Norvège, où elle semblait appréciée. Depuis quelques années cependant ce pays n'est plus acheteur de café Libéria, sans doute en raison d'un traité commercial bilatéral avec le Brésil.

Nous avons essayé de déterminer les facteurs responsables de ce goût désagréable, dans le but de trouver des moyens d'amélioration.

On trouve généralement le café Libéria trop acide, or nous avons constaté que l'acidité de ce café est à peu près la même que celle de cafés Arabica et Canephora.

Cependant, le goût désagréable est totalement absent du café soluble (séché par atomisation) fait à partir de Libéria.

Des sondages effectués auprès des consommateurs pour connaître leur opinion sur le goût du café soluble provenant de café Liberia, par comparaison avec d'autres produits analogues du commerce, ont montré que le café soluble fait à partir de café Libéria pourrait sans doute être accepté sur le marché hollandais.

HEESTERMAN (J. E.). — **Some observations on the taste of Liberia coffee and on that of soluble coffee made from this species.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 326-330.

Surinam (Dutch Guyana) mainly produces Liberia coffee of the *Coffea liberica* Bull. species.

Criticism of the taste of this coffee is well known. Even so this variety used to be sold and apparently appreciated in Norway. However, that country has ceased to be an outlet for Liberia coffee — possibly because of a bilateral agreement with Brazil.

We have sought to determine the factors responsible for the unpleasant taste of this variety in order to find ways of improving it.

HEESTERMAN (J. E.). — **Beobachtungen über den Geschmack des Liberia Kaffees und des von dieser Sorte erhaltenen Kaffee-Extrakt-pulvers.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 326-330.

Surinam (niederländisches Guayana) erzeugt fast nur Liberia Kaffee der Sorte *Coffea liberica* Bull.

Die Einwände gegen den Geschmack dieses Kaffees sind sehr bekannt; dennoch wurde diese Sorte in Norwegen verkauft und schien dort geschätzt zu sein. Seit einigen Jahren jedoch ist dieses Land zweifellos auf Grund eines mit Brasilien zweiseitig abgeschlossenen Handelsvertrages kein Käufer mehr von Liberia Kaffee.

In der Absicht Verbesserungsmittel zu finden, haben wir versucht, die für diesen unangenehmen Geschmack verantwortlichen Faktoren festzustellen.

Im allgemeinen hält man den Liberia Kaffee für sauer; wir haben aber festgestellt, dass die Säure dieses Kaffees

HEESTERMAN (J. E.). — **Algunas observaciones sobre el gusto del café Liberia y del café soluble en polvo elaborado a partir de esta especie.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4 oct.-déc. 1963, p. 326-330.

En Surinam (Guayana Holandesa) se produce casi únicamente café Liberia de la especie *Coffea liberica* Bull.

Ya se conocen las críticas hechas sobre el gusto de este café. Sin embargo dicha especie se vendía en Noruega donde parecía apreciada. Pero, desde hace algunos años este país ya no compra café Liberia, tal vez porque ha concluido un tratado comercial bilateral con el Brasil.

Hemos procurado determinar los factores responsables de su gusto desagradable con objeto de investigar los medios para mejorarlo.

La gente halla generalmente el café

Liberia coffee is usually blamed for its acid taste, but we found that this acidity differs little from that detectable in Arabica and Robusta coffees.

We also discovered that the unpleasant flavour is absent from spray-dried instant coffee made from Liberia.

Enquiries made among consumers in order to ascertain their opinion on the taste of instant coffee made from Liberia, as compared with similar products on the market, reveal that this kind of instant coffee would probably be acceptable to coffee-drinkers in Holland.

fast gleich ist, wie diejenige der Arabica und Canephora Kaffeesorten.

Der unangenehme Geschmack fehlt jedoch im mit Liberia erzeugten (und durch Atomisierung getrockneten) Kaffee-Extraktpulver.

Es wurde bei den Verbrauchern Anfrage gemacht, um ihre Meinung über den Geschmack des mit Liberia Kaffee erzeugten Kaffee-Extraktpulvers im Vergleich mit ähnlichen Handelserzeugnissen zu erfahren und es wurde festgestellt, dass das mit Liberia Kaffee erzeugte Kaffee-Extraktpulver zweifellos auf dem niederländischen Markt angenommen werden könnte.

Liberia demasiado ácido ; sin embargo hemos comprobado que su acidez es sensiblemente igual a la de los cafés Arabica y Canephora.

También se observa que el café soluble (secado por atomización) obtenido a partir de Liberia no tiene gusto desagradable.

Una encuesta hecha para conocer la opinión de los consumidores acerca del gusto del producto soluble procedente de café Liberia, comparado con productos comerciales análogos, muestra que dicho café soluble podría venderse en el mercado holandés.



L'HUILE DU CAFÉ VERT ET DU CAFÉ TORRÉFIÉ *

J. WURZIGER

Hygienisches Institut, Hamburg

La consommation de café croissant, d'une façon particulièrement sensible au cours des dernières années, le nombre de personnes qui signalent des allergies augmente constamment. Cette évolution pourrait avoir contribué pour une part importante au fait qu'en Allemagne, à côté des cafés torréfiés décaféinés connus, on vend de importantes quantités de cafés non décaféinés, auxquels on attribue des propriétés supérieures pour la santé. A ce groupe de cafés appartiennent aussi bien des cafés torréfiés ayant subi un traitement d'amélioration sans produits chimiques, que ceux dont la meilleure digestibilité tient au choix approprié de cafés verts non traités, lavés et non lavés. De ceci, on déduit que les cafés torréfiés constitués de cafés verts normaux non traités, de provenances choisies déterminées, et les cafés torréfiés traités à la vapeur d'eau avant la torréfaction, ou soumis à un autre procédé d'amélioration après la torréfaction, ont des propriétés physiologiques voisines ou semblables. Mais si, du point de vue de l'action physiologique, il n'existe aucune différence entre des cafés commerciaux torréfiés non décaféinés non traités et des cafés non décaféinés mais « améliorés », on est amené à se demander si la digestibilité du café dépend du choix des variétés et du traitement ou si elle ne dépend pas, dans une plus grande mesure, des procédés et des degrés de torréfaction ou même du mode de préparation de la boisson.

Selon G. CZOK, K. LANG et W. KIECKEBUSCH (1), une alimentation quotidienne avec 5 % de graisse de cafés vert et torréfié entraîne chez les rats un retard de croissance. La mortalité est plus forte pour une alimentation avec de la graisse de café torréfié qu'avec de la graisse de café vert. D'après ces recherches, l'excitabilité du système nerveux central des rats est, de plus, nettement augmentée par la graisse de cafés vert et torréfié et plus fortement par la graisse de café torréfié que par celle de café vert. Selon l'interprétation donnée par les auteurs, l'action plus forte de l'huile du café vert serait due tant aux produits d'oxydation de la graisse de café qu'aux produits de torréfaction. Les effets physiologiques des cafés boissons

devraient de ce fait être influencés de façon sensible par les produits d'oxydation des graisses, par de faibles quantités d'huile de café et par les substances de torréfaction du café. Les cafés commerciaux courants, verts et torréfiés contiennent environ de 10 à 15 % d'huile de café. L'huile de café provenant de grains verts est un liquide jaune clair, qui sent le café vert. A partir de café torréfié, on obtient par extraction avec un solvant une huile plus ou moins brun foncé à nette odeur de café.

Modifications des huiles de café

Les huiles de café vert et torréfié contiennent en général des quantités suffisantes d'antioxydants naturels. Les exemples rapportés dans le tableau I montrent que, même après une conservation prolongée, aucune modification sensible par oxydation ne se produit.

TABLEAU I

Teneur en peroxydes des huiles de café extraites de cafés verts

Désignation	Teneur en peroxydes (indice de Lea)
Extrait, à l'éther de pétrole, de café vert de Java, brunissant, stocké depuis 6 ans.....	1,4
Extrait, à l'éther de pétrole, d'un mélange de cafés torréfiés, stocké depuis 2 ans.....	1,6
Extrait, à l'éther de pétrole, d'un mélange de cafés torréfiés, stocké depuis 1 an.....	< 1,0
Extrait, à l'éther de pétrole, d'un café de Colombie faiblement torréfié, stocké depuis 6 mois.....	< 1,0

* Communication présentée en allemand.

En général, il ne se produit de modification oxydante de l'huile de café que lorsque l'huile sort du café torréfié et peut se déposer à la surface des grains de café. En raison de l'absence de substances protectrices, l'huile qui se trouve en surface s'oxyde si vite que le café torréfié perd rapidement en fraîcheur et qualité. En ce qui concerne le rancissement, les huiles de café torréfié sont trois fois plus stables que les huiles de café vert. Selon L. W. ELDER (2), la meilleure stabilité est due au pyrrole et au mercaptan. Il faut cependant considérer que le goût dit « de vieux » apparaît dans le café torréfié indépendamment des modifications oxydantes. Selon L. W. ELDER (2), il n'existe aucune relation entre l'apparition du goût de vieux et l'auto-oxydation de l'huile de café.

D'après la majorité des auteurs, les huiles présentes dans le café vert subissent peu de modifications pendant le procédé de torréfaction. En général, on ne note qu'une faible augmentation des acides gras libres. K. TÄUFEL (3), par exemple, considère l'huile de café comme fixateur des substances aromatiques qui se forment pendant la torréfaction.

Composition des huiles de café

Lors de l'extraction de l'huile du café torréfié, on entraîne, en même temps que les graisses, les substances aromatiques agréables, les produits d'oxydation des graisses éventuellement formés, ainsi que les substances provoquant le goût de vieux. L'insaponifiable joue un rôle important dans l'huile de café. M. W. LINDNER (4) indique des teneurs en insaponifiable de 1,9 à 21,2 %. Cette teneur dépend du solvant d'extraction. Les couches externes cireuses des grains de café, qui en contiennent de 0,2 à 2,0 %, se dissolvent facilement dans l'alcool, l'acétone, l'acide acétique glacial et autres solvants polaires, par contre elles sont peu solubles dans l'éther et très difficilement dans l'éther de pétrole.

L'huile de café extraite par l'éther de pétrole contient de ce fait peu de substances cireuses de la surface des grains et c'est avec l'emploi de l'éther de pétrole que l'insaponifiable est le moins augmenté par la cire externe.

A côté des différents phytostérols se trouvent encore dans l'huile de café deux composés diterpéniques, à savoir le cafestol et le kahweol, par lesquels l'insaponifiable subit des modifications. H. P. KAUFMANN et R. S. HAMSAGAR (5) ont étudié les diterpènes en détail. Contrairement aux autres insaponifiables, le cafestol et le kahweol ne sont pas solubles dans l'éther de pétrole. Avec de l'éther de pétrole, on peut ainsi, à partir de café torréfié, obtenir de l'huile de café pratiquement exempte des couches cireuses externes et de cafestol libéré par hydrolyse pendant la torréfaction. Dans le cas de l'extraction du café torréfié par l'éther, le cafestol libre est au contraire extrait en même temps que les

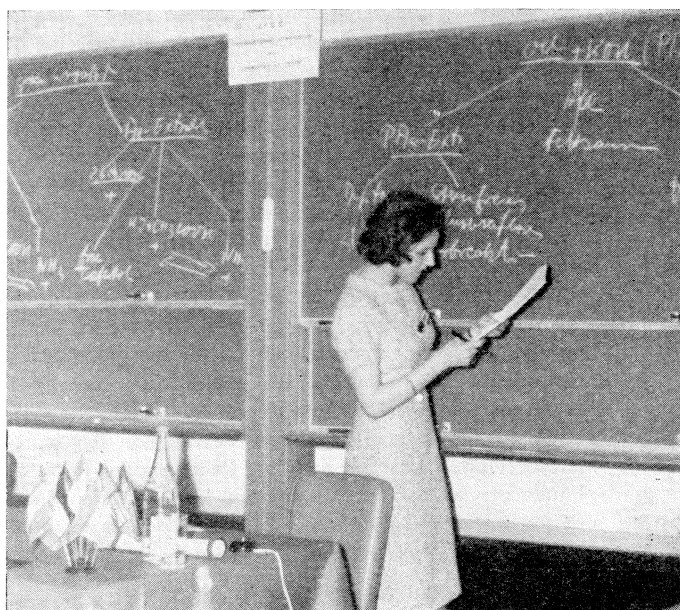
couches externes cireuses. Ceci paraît particulièrement important pour l'analyse et l'évaluation des huiles de café, et on devrait en tenir compte dans l'interprétation des différences.

D'après nos recherches actuellement en cours, les couches externes des grains de café contiennent plusieurs substances phénoliques qui donnent une coloration intense et très stable bleue à bleu-vert avec 2,6 Dichlorquinonechlorimide, en présence d'alcool et d'alcali. Cette réaction colorée très sensible permet de déceler les moindres quantités de cire présentes dans les huiles de café. La méthode est décrite en détail par ailleurs.

Phénomènes de coloration et d'oxydation

Si de l'huile de café extraite de café frais, vert et torréfié est portée à ébullition avec de l'acide acétique glacial et une faible quantité d'iodure de potassium, la solution se colore fortement en vert ou bleu-vert. Lors du refroidissement, il se produit la plupart du temps un renforcement de la couleur. La coloration se produit aussi avec du méthanol et de l'acide chlorhydrique, comme l'ont décrit N. A. KHAN et J. B. BROWN (6). Elle a également lieu, que les cafés soient très frais ou déjà stockés depuis un certain temps. La seule différence se trouve alors dans la couleur plus ou moins intense. Dans ces conditions, la cire de café de la surface des grains ne se colore pas en vert.

Commentaire en français des schémas du Dr Wurziger, par Mlle J. Evain de l'IFCC.



Si de l'huile de café provenant d'un café torréfié stocké est mise en contact avec de l'ammoniaque, une coloration rouge plus ou moins nette se forme. Ici, il faut remarquer que les colorations rouges les plus fortes se produisent le plus souvent avec des huiles de café qui ne se colorent que faiblement ou pas du tout en vert avec l'acide acétique glacial et l'iodure de potassium.

Si l'on chauffe plus longtemps à 105 °C de l'huile de café extraite de café vert frais, l'intensité de la coloration verte diminue avec le temps de chauffage. Si l'on fait agir de l'ammoniaque sur l'huile chauffée, celle-ci se colore en rouge. Des huiles très fortement ou très longtemps chauffées ne se colorent ni en vert, ni en rouge. On en déduit qu'il existe une relation entre la coloration verte et la coloration rouge. Dans tous les cas, on n'obtient de coloration rouge qu'avec les huiles auto-oxydées. Des huiles n'ayant pas subi de modification, huiles faiblement auto-oxydées, ne se colorent, par contre, qu'en vert.

Dans le tableau II sont indiqués les indices de peroxydes obtenus pour des huiles de café vert et les colorations données par ces huiles.

Les colorations rouges des huiles de café, provenant de cafés verts ou torréfiés, ne se produisent que lorsque les huiles ont déjà été modifiées par l'action de l'oxygène. Cette réaction peut ainsi faciliter considérablement l'estimation d'un café torréfié. Il suffit de choisir une méthode d'analyse qui permette de mettre en évidence des changements de couleur même faibles. Etant donné qu'avec l'insaponifiable de l'huile de café soluble dans l'éther on obtient, par une méthode d'examen

appropriée, les réactions colorées verte et rouge, il est facile de faire porter l'examen de l'huile de café sur ces substances et cela même dans le cas des boissons où elles sont présentes en quantités plus importantes que dans les cafés torréfiés eux-mêmes. Ces réactions sont particulièrement recommandées pour un examen d'orientation rapide des huiles de café, extraites par l'éther ou l'éther de pétrole à partir de boissons ou d'extrait de café en poudre. Dans ce rapport, il ne sera question de ces analyses que dans la mesure où les réactions colorées des substances de l'huile de café permettent de déduire l'existence de modifications par oxydation.

En raison de leur décomposition rapide, les peroxydes ne renseignent pas sur l'état d'oxydation des graisses chauffées. Si, dans les conditions de torréfaction courantes, il se produit des modifications par oxydation, celles-ci devraient s'observer dans les acides gras non saturés, à savoir dans l'importance de l'acide arachidonique apparent et dans les différences de teneurs en acide linoléique des huiles de cafés verts et des huiles de cafés torréfiés. Des graisses profondément modifiées contiennent en général des stérols qui sont aussi déjà oxydés et qui se manifestent dans les différences de teneur en stérols précipitables des huiles de cafés verts et des huiles de cafés torréfiés et, tout particulièrement, dans l'insaponifiable de ces huiles exempt de stérols. Si l'on chauffe assez longtemps des huiles et des graisses végétales, en présence d'oxygène, à des températures de 200 °C ou même plus, il se produit des transformations chimiques inévitables avec formation de composés carbonylés, par exemple, qui lors du chauffage des graisses avec une solution de potasse caustique alcoolique donnent une coloration brune plus ou moins forte. Etant donné que des graisses fraîches provenant de matières brutes non altérées ne donnent ces colorations que très faiblement, les défauts d'oxydation sur graisse chauffée peuvent être facilement décelés de cette manière.

TABLEAU II

Indices de peroxydes et réactions colorées des huiles de café vert

Désignation	Teneur en peroxydes des huiles (indice Lea)	Réactions colorées de l'huile de café avec :	
		acide acétique glacial et iodure de potassium	ammoniaque
Café vert d'Abyssinie .	3,9	vert	pas de coloration
Café vert d'Abyssinie .	20,4	légèrement vert	coloration rouge
Café vert de Colombie ...	2,7	fortement vert	pas de coloration
Café vert de Colombie ...	17,8	légèrement vert	coloration rouge
Café vert du Tanganyika .	20,8	légèrement vert	coloration rouge
Café vert de Mysore	23,2	légèrement vert	coloration rouge

Méthodes d'analyses

Des cafés verts et torréfiés, normaux et traités à la vapeur selon le procédé de LENDRICH, ont été extraits, à la température ambiante, par de l'éther de pétrole. Les analyses effectuées sur les huiles de café et les résultats obtenus sont résumés dans le tableau III.

Parmi les huiles analysées, seul l'extrait provenant d'un café vert soumis à un traitement à la vapeur présente un indice de réfraction légèrement plus élevé. A partir de l'huile du café torréfié traité à la vapeur, on a isolé peu d'acides gras : 76,4 % anormalement. Par contre, les acides gras se différencient peu en ce qui concerne leurs teneurs trouvées par l'isomérisation alcaline en acides linoléique et arachidonique apparent. Les modifications oxydantes apparaissent toutefois dans

TABLEAU III

Analyses d'huiles de cafés verts et torréfiés

Désignation	Huile de café vert		Huile de café torréfié	
	non traité	traité	non traité	traité
Indice de réfraction à 40 °C.....	68,7	70,3	68,1	68,1
Acides gras	82,08 %	79,60 %	80,10 %	76,40 %
Acides gras essentiels des acides gras :				
Acide arachidonique	0,68 %	0,50 %	0,44 %	0,67 %
Acide linoléique	1,33 %	1,48 %	1,50 %	1,27 %
Acide linoléique	44,15 %	43,08 %	45,52 %	43,64 %
Stérols de l'insaponifiable soluble dans l'éther de pétrole	0,28 %	0,23 %	0,22 %	0,28 %
Réactions colorées	négative	négative		
Insaponifiable exempt de stérols.....	Maximum à 253 m μ (voir figure 1)		Pas de maximum (voir figure 2)	
Stérols apparents dans l'insaponifiable soluble dans l'éther	0,45 %	0,62 %	0,39 %	0,40 %
Réactions colorées	vert et rouge	vert et rouge	vert et rouge	vert et rouge
Insaponifiable exempt de stérols.....	Courbes d'absorption (voir figure 1)		Courbes d'absorption (voir figure 2)	

les valeurs de l'acide arachidonique. Celles-ci sont du même ordre pour les huiles de café vert et pour les huiles de café torréfié et ne sont en aucune façon plus importantes que celles généralement observées dans les huiles végétales améliorées, consommables. De faibles différences peuvent aussi résulter du mode d'extraction des matières grasses.

Dans l'huile de café, ou dans l'insaponifiable, on peut doser par la digitonine jusqu'à 1 % de stérols. L'huile de café ne se comporte pas à cet égard comme une huile de graine ordinaire. On n'obtient pas les mêmes résultats en partageant l'insaponifiable en une partie soluble dans l'éther de pétrole et une partie soluble dans l'éther éthylique, puis en séparant le précipité de digitonide. Dans l'insaponifiable de cafés non traités, verts et torréfiés, soluble dans l'éther de pétrole, on trouve à peu près les mêmes quantités de stérols : de 0,22 à 0,28 %. En ce qui concerne ces valeurs, l'huile de café ne se différencie pas des autres huiles végétales. Pour l'insaponifiable exempt de stérols, on a mesuré des absorptions se situant dans la région comprise entre 240 et 270 m μ . Les courbes d'absorption de l'insaponifiable, exempt de stérols, provenant d'huiles de cafés verts, montrent un léger maximum à environ 253 m μ . Elles ne se différencient cependant pas les unes des autres. Le traitement à la vapeur d'eau n'exerce pas d'influence sur l'insaponifiable exempt de stérols. Il n'y a pas, non plus, de différence pour les courbes d'absorption de l'insaponifiable exempt de stérols provenant d'huiles de cafés torréfiés. Toutefois, le faible maximum à 253 m μ n'existe pas et c'est par là que diffèrent l'insaponifiable exempt

de stérols des huiles de cafés verts et celui des huiles de cafés torréfiés. Les substances insaponifiables solubles dans l'éther de pétrole, provenant de toutes les huiles de café, ne donnent aucune des réactions colorées précédemment indiquées. Là encore, il n'existe donc aucune différence avec les autres huiles végétales. L'insaponifiable des différentes huiles, soluble dans l'éther, se comporte d'une toute autre façon. Dans les conditions du dosage des stérols par la digitonine, on a obtenu 0,45 et 0,62 % pour les extraits solubles dans l'éther, d'huile de café vert, saponifiée et extraite par l'éther de pétrole. Ici, la teneur la plus élevée est enregistrée pour l'extrait, soluble dans l'éther, de l'huile de café vert traité à la vapeur. On remarque que la teneur en stérols des extraits solubles dans l'éther, d'huiles de café torréfié, saponifiées est plus petite : 0,39 et 0,40 %. On en déduit qu'au cours du procédé de torréfaction ces substances, précédemment précipitables par la digitonine, subissent des modifications, si bien qu'elles ne peuvent plus former de précipité avec la digitonine. Pour les résidus insaponifiables non précipitables par la digitonine, on a également mesuré des absorptions se situant dans une zone comprise entre 240 et 270 m μ . On obtient des courbes d'absorption dont les tracés sont nettement différents et l'on est frappé par la concordance de ces courbes pour l'insaponifiable des huiles de cafés verts et celui des huiles de cafés torréfiés. L'insaponifiable soluble dans l'éther se compose au moins partiellement de cafestol et de kahweol. Mais on précipite aussi une autre substance qui se comporte comme un stérol végétal. La chromatographie sur papier n'a pas

permis de différencier cette substance du phytostérol dans l'insaponifiable soluble dans l'éther de pétrole.

L'insaponifiable exempt de stérols provenant de la partie isolée par l'éther est fortement coloré en vert par chauffage avec l'acide acétique glacial et l'iodure de potassium. Il est intéressant de noter que dans les conditions choisies ces mêmes substances se colorent fortement en rouge avec l'ammoniaque.

Les courbes d'absorption de l'insaponifiable exempt de stérols sont représentées par les figures 1 et 2.

Des résultats des analyses d'huiles de cafés normaux et traités, donnés au tableau III et dans les figures 1 et 2, on déduit que les modifications subies par ces huiles de café sont très faibles et que de plus il n'existe aucune diffé-

rence nette entre les huiles de café extraites par l'éther de pétrole à partir de cafés torréfiés traités à la vapeur et celles extraites dans les mêmes conditions à partir de cafés torréfiés non traités.

15 g de matières grasses sont saponifiées au bain-marie avec 10 ml d'une solution aqueuse à 40 % d'hydroxyde de potassium et 20 ml d'alcool (pour des prises d'essai plus faibles, on diminue proportionnellement les quantités de solution). Après clarification, la solution est diluée avec 60 ml d'eau et 180 ml d'alcool éthylique à 96 %, chauffée à 50 °C et mélangée avec 30 ml d'une solution à 1 % de digitonine alcoolique. La solution saponifiée est laissée toute la nuit à la température ambiante ou plusieurs heures au réfrigérateur, puis

CAFÉ VERT

NON TRAITÉ

TRAITÉ

Insaponifiable après précipitation à la digitonine.

---- Ether de pétrole : 1 et 3.

— Ether : 2 et 4.

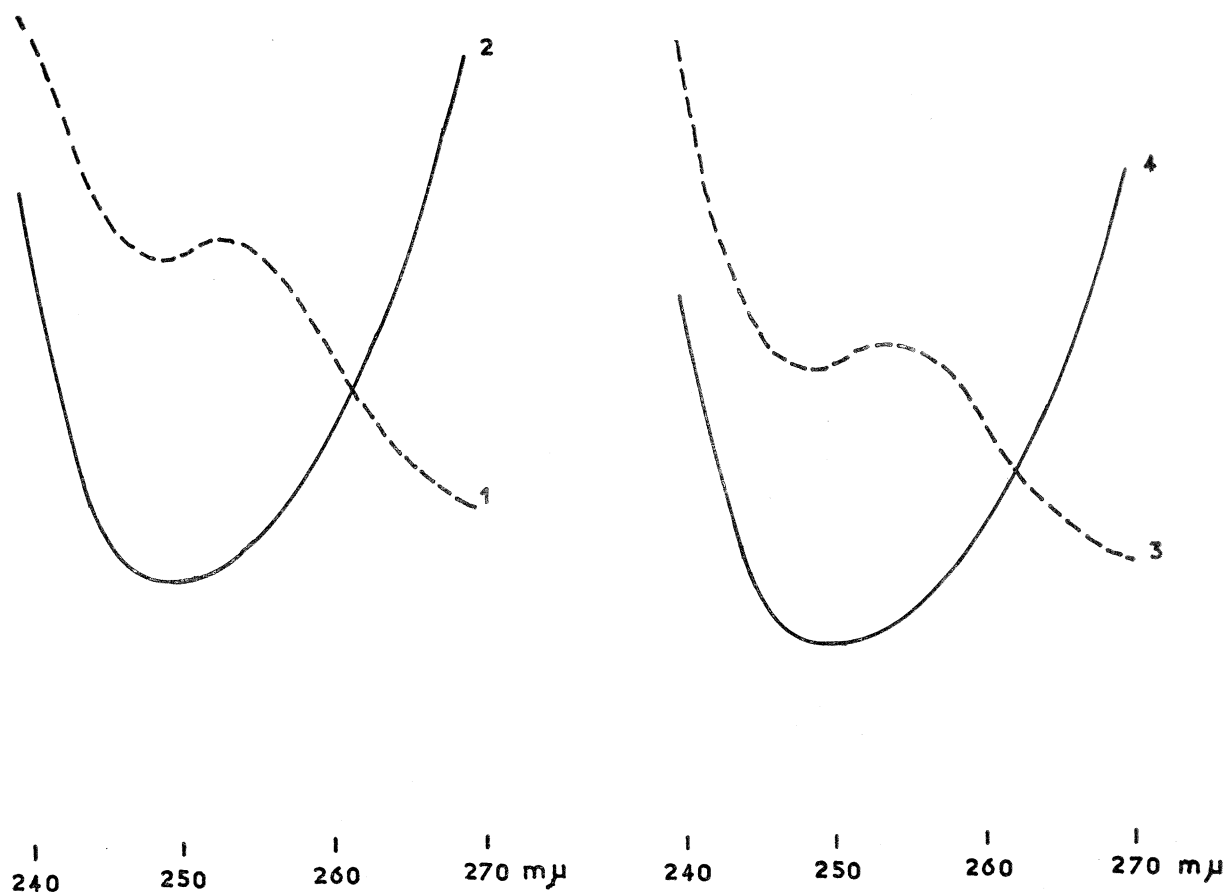


Fig. 1. — Courbes d'absorption UV pour l'insaponifiable exempt de stérols et provenant de café vert.

CAFÉ TORRÉFIÉ

NON TRAITÉ

TRAITÉ

Insaponifiable après précipitation à la digitonine.

---- Ether de pétrole : 1 et 3.
 — Ether : 2 et 4.

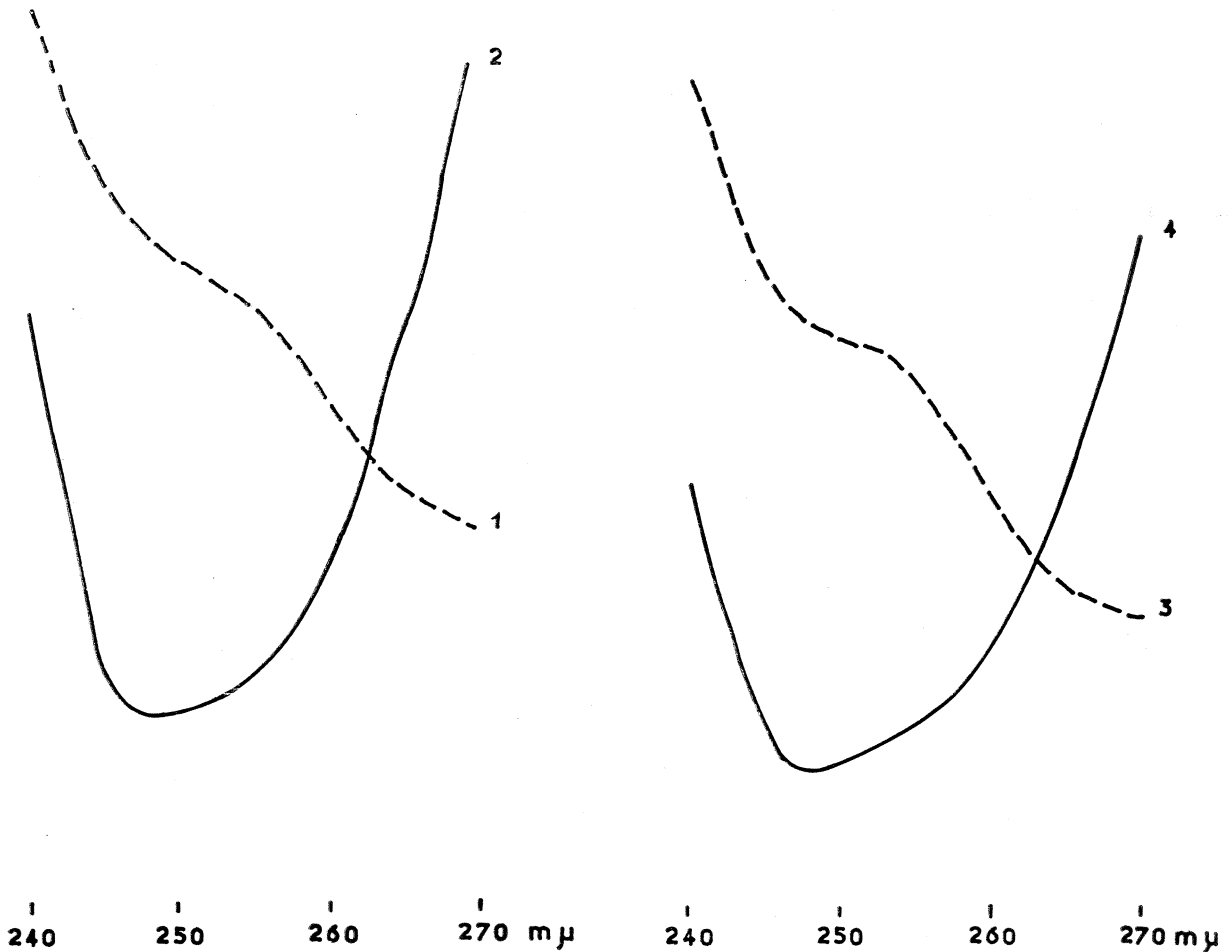


Fig. 2. — Courbes d'absorption UV pour l'insaponifiable exempt de stérols et provenant de café torréfié.

filtrée sur fritte 2G3, si possible, sans faire le vide. A partir du filtrat alcoolique, on obtient l'insaponifiable exempt de stérols en épuisant trois fois avec de l'éther de pétrole, puis en lavant plusieurs fois l'extrait avec de l'alcool à 40 %. Après avoir éliminé l'éther de pétrole, on dissout dans l'hexane et on mesure l'absorption au spectrophotomètre entre 240 et 270 m μ . Cette analyse ne nécessite généralement que de faibles quantités d'insaponifiable exempt de stérols.

Le précipité de digitonine rassemblé dans le creuset est lavé à l'eau froide jusqu'à ce que le savon soit tout à fait éliminé. Ensuite on lave avec de l'alcool, puis avec de l'éther. Le creuset est séché à 100 °C. Par calcul avec le facteur 0,243, on déduit les stérols à partir du précipité de digitonine.

On a extrait par l'éther de pétrole l'huile de cafés torréfiés de différentes sortes et soumis à différents traitements, et les modifications d'oxydation ont été étudiées par la coloration à l'alcali. A partir de ces mêmes cafés torréfiés, on a préparé des boissons selon les procédés de filtration et d'infusion sans filtration, on les a soumis à l'extraction et les extraits obtenus ont été analysés de la même façon. Les résultats sont rassemblés dans le tableau IV.

Dans les conditions expérimentales choisies, on a enregistré, pour les graisses de café extraites à l'éther de pétrole, des absorptions de la coloration à l'alcali très différentes les unes des autres. Dans le tableau IV, il s'agit de cafés torréfiés qui ont été soumis à des traitements de différentes natures. D'après ces études, le

TABLEAU IV

Modifications par oxydation des extraits par l'éther de pétrole de cafés torréfiés et de boissons préparées à partir de ces cafés torréfiés

Désignation	Café torréfié							
	Traité	Traité	Traité	Traité	Amélioré	Pauvre en acide	Diététique	Normal
Huile de café torréfié (extrait à l'éther de pétrole) Coloration à l'alcali $E_{1\text{ cm}}^{100\%}, S 47 E \dots$	7,60	11,05	14,0	16,7	19,35	9,80	11,3	17,3
Huile de café purifiée sur colonne de gel de silice. Coloration à l'alcali $E_{1\text{ cm}}^{100\%}, S 47 E \dots$	0,55	1,30	2,40	2,15	3,25	0,80	0,75	2,0
Préparations de cafés 10 g/100 ml, obtenues par filtration, extraites à l'éther de pétrole en %	0,046	0,048	0,059	0,040	0,057	0,055	0,057	0,043
Coloration à l'alcali de l'extrait à l'éther de pétrole $E_{1\text{ cm}}^{100\%}, S 47 E \dots$	1 658	1 057	657	1 473	1 111	1 086	959	1 256
Préparations de cafés 10 g/100 ml, obtenues par infusion, extraites à l'éther de pétrole %	—	2,32	0,63	2,1	2,3	0,52	0,41	2,0
Coloration à l'alcali $E_{1\text{ cm}}^{100\%}, S 47 E \dots$	—	49	98	61	55	145	138	69
Acide chlorogénique.....	—	2,5	—	2,1	2,8	—	—	2,8

traitement est sans influence sur les modifications des graisses qui se manifestent dans la coloration à l'alcali. Tous les extraits à l'éther de pétrole étudiés apparaissent très nettement modifiés. Selon ces absorptions, toutes les huiles de café devraient être considérées comme déjà altérées. Les extraits à l'éther de pétrole sont versés sur colonne de gel de silice, puis on mesure à nouveau les absorptions de la coloration à l'alcali des graisses de café tirées de l'éther de pétrole qui s'écoule. Celles-ci ne sont plus maintenant comprises qu'entre 0,55 et 3,25. Ceci montre aussi que les matières grasses ne subissent qu'une très légère modification par oxydation pendant le procédé de torréfaction. Toutes les huiles donnent dans les conditions décrites une forte coloration verte. Ces substances qui donnent les colorations sont séparées de l'huile par traitement au gel de silice. Les fortes colorations à l'alcali pourraient de ce fait être attribuées à ces substances génératrices de couleur.

On a préparé ensuite des boissons de café selon les procédés de filtration et d'infusion avec des cafés torréfiés et de l'eau chaude dans un rapport de 1/10. Les boissons sont extraites à l'éther de pétrole. Comme le montre le tableau IV, les quantités de substances extraites

sont très faibles. Elles oscillent entre 0,04 et 0,06 %. D'après les spectres infra-rouge, il doit s'agir de substances de nature différente. Mais nous n'approfondirons pas cette question ici. On a également mesuré la coloration à l'alcali de ces substances de la boisson, solubles dans l'éther de pétrole. On a obtenu des absorptions comprises entre 657 et 1658. On trouve ensuite les substances à groupements carbonyles, qui ne doivent cependant pas être considérées comme des produits de réaction des huiles de café. Ces substances ne sont pas retenues par le filtre en papier lors de la préparation courante de la boisson et pourraient par conséquent contribuer aussi à la digestibilité du café. Avec les boissons préparées selon le procédé d'infusion, on a obtenu dans les mêmes conditions de 0,4 à 2,3 % d'extraits à l'éther de pétrole. On remarque que les absorptions des colorations à l'alcali de ces extraits ne sont comprises qu'entre 49 et 145. Les absorptions maximales sont enregistrées dans les plus faibles quantités d'extraits. On en déduit que les modifications ne sont pas à attribuer à la partie grasse, mais de nouveau aux substances qui ont été éliminées par l'eau du café torréfié.

Il reste encore à mentionner que dans la partie de

CAFÉ TORRÉFIÉ

Café boisson (procédé de filtration)

Insaponifiable

---- Ether de pétrole : 1 et 3.

— Ether : 2 et 4.

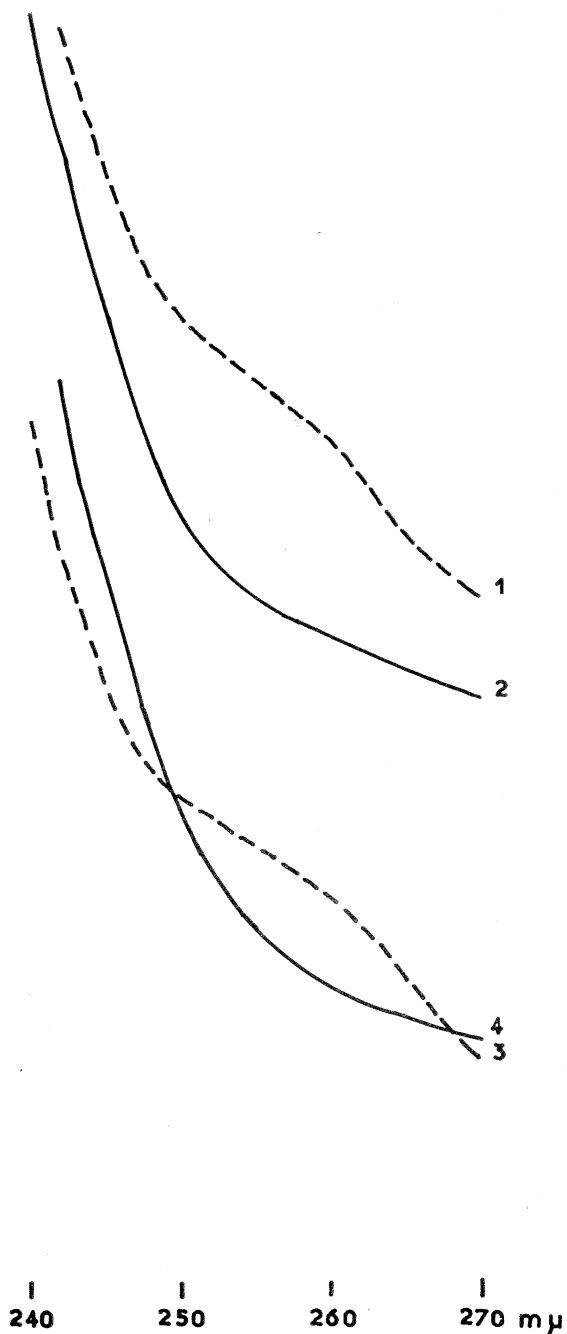


Fig. 3. — Courbes d'absorption des substances insaponifiables provenant du café boisson.

boisson préparée par infusion et extraite à l'éther de pétrole, il ne se produit aucune réaction bleue à l'indophénol et tout au plus de faibles réactions colorées des graisses. Etant donné que les extraits à l'éther de pétrole provenant de boissons préparées par filtration ne donnent pas non plus ces réactions, il n'existe à ce point de vue aucune différence importante entre les boissons examinées, qu'elles aient été préparées par filtration ou par infusion. Pour se faire une idée sur la nature du mode de préparation, il faut s'en rapporter aux teneurs en acide chlorogénique de la boisson.

Dans un Erlenmeyer fermé par un réfrigérant à reflux, 2,00 g d'huile de café filtrée sont chauffés et portés à ébullition pendant 2 minutes avec 10 ml de KOH alcoolique incolore 0,5 N (sur flamme directe, chronomètre marqueur). Si l'on prolonge le temps de saponification, le plus souvent, la coloration brune diminue à nouveau. Pour obtenir des valeurs reproductibles, il faut respecter le temps le plus possible. Finalement, on lave avec de l'alcool à 96 % dans un ballon gradué de 25 ml et après addition de 3 ml H₂O on refroidit rapidement à 20 °C. Après avoir rempli avec de l'alcool à 96 % jusqu'à la marque et au bout de 10 minutes au total (y compris le temps de saponification de 2 minutes), on mesure l'absorption dans un photolorimètre (Elko II) avec le filtre S 47 E dans une cuve de 1 cm.

Etant donné que l'huile peut avoir une coloration propre brune à fortement brune, on mesure toujours par rapport à une solution huileuse de même concentration. Dans ces essais, on a dissous 2 g d'huile de café dans 25 ml de chloroforme. Les solutions chloroformiques sont souvent légèrement troubles, si bien qu'avant d'effectuer la mesure il faut encore filtrer.

Pour permettre une meilleure comparaison, l'absorption mesurée est rapportée à 100 % d'huile. Si, par exemple, pour 2 g de pesée, une épaisseur de couche de 1 cm et un filtre S 47 E, la valeur mesurée pour l'absorption est de 0,04, on en déduit $E_{1\text{ cm}}^{100\%} = 0,04 \times 12,5 = 0,5$. Mais, pour le consommateur, les boissons sont encore plus importantes que les cafés torréfiés. On a extrait les substances solubles à l'éther de pétrole et à l'éther de boissons préparées selon le procédé de filtration à partir de café torréfié et d'eau dans un rapport de 1:10. On n'a pas enregistré de substances précipitables avec la digitonine. Les courbes d'absorption des substances insaponifiables ne montrent dans la région comprise entre 240 et 270 mμ aucune ressemblance avec les courbes d'absorption des matières insaponifiables dont il a été question précédemment (fig. 3).

Ceci conduit à conclure que les substances de cette nature ne se trouvent pas dans les boissons préparées par filtration. Selon les études effectuées jusqu'à ce jour sur les huiles de café et qui ne pouvaient être que brièvement esquissées ici, il faut considérer comme improbable le fait que des substances qui influenceraient la digestibilité du café d'une façon remarquable puissent se former pendant la torréfaction à partir des huiles de café.

BIBLIOGRAPHIE

1. *Arzneimittel-Forschung*, 12, 1195-1198 (1962).
2. *Ind. Engng. Chem.*, 29, 267 (1937) ; 32, 798 (1940).
3. *Handb. d. LM-Chemie*, vol. VI, 20 (1934).
4. *GORDIAN, Kaffee und Tee Markt* VIII/18, p. 26 (1958).
5. *Fette, Seifen, Anstrichmittel*, 64, p. 206 et p. 734 (1962).
6. *J. Amer. Oil Chemist Soc.*, 30, 606 (1953).

DISCUSSION

M. PERCHERON : 1) Avez-vous pu mettre en évidence des triterpènes dans l'huile de café ? 2) La fraction stérolique renferme-t-elle du β -sitostérol ? 3) L'isolement des acides gras saturés et insaturés a-t-il été réalisé ?

— M. WURZIGER : 1) non, aucune recherche n'ayant été faite dans ce domaine.
2) cette question n'a pas été examinée.
3) non.

WURZIGER (J.). — **L'huile du café vert et du café torréfié.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 331-340, fig., réf.

Dans cette étude sont rapportées les recherches effectuées sur les glycérides d'acides gras et l'insaponifiable des huiles de café vert et de café torréfié.

Ni l'amélioration du café vert, ni la torréfaction ne produisent de modifications profondes des glycérides d'acides gras.

Les recherches sur l'insaponifiable s'étendirent aux substances précipitables à la digitonine et à la réaction spectrophotométrique de l'insaponifiable non précipitable à la digitonine. Les différences entre l'huile de café vert et l'huile de café torréfié ne furent de ce fait que relatives à la quantité de diterpène séparable (cafestol et kahweol).

Des boissons de café torréfié préparées selon différentes méthodes furent extraites à l'éther de pétrole et à l'éther et les résidus d'extraction comme l'huile de café furent examinés sur l'insaponifiable libre de stérine. En même temps, on indiqua la coloration à l'alcali de ces substances extraites pour permettre d'apprécier les différences pouvant exister.

WURZIGER (J.). — **On the coffee oil of green and roasted coffees.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 331-340, fig., réf.

Studies on fat acid glycerides and unsaponifiables from coffee oil of green and roasted coffee are mentioned in this study.

No significant change occurs in the fat-acid glycerides either during the improvement process of green coffee or during roasting.

Analyses of unsaponifiables extended to the digitonine-precipitated material and to the spectrophotometrical

WURZIGER (J.). — **Über Kaffeeöle aus Roh- und Röstkaffees.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 331-340, fig., réf.

Es wird über Untersuchungen an Fettsäureglyceriden und Unverseifbaren aus Kaffeeölen roher und gerösteter Kaffees berichtet.

Weder durch die Rohkaffeeveredlung noch durch das Rösten treten an den Fettsäureglyceriden tiefgehende Veränderungen ein.

Die Untersuchungen an dem Unverseifbaren erstreckten sich auf die mit Digitonin fällbaren Substanzen und auf das spektralphotometrische Ver-

WURZIGER (J.). — **El aceite del café verde y del café tostado.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 331-340, fig., réf.

En el presente estudio se relatan las investigaciones hechas sobre los glicéridos de ácidos grasos y el insaponificable de los aceites de café verde y de café tostado.

Ni la mejora del café verde ni la tostadura provocan modificaciones profundas de los glicéridos de ácidos grasos.

Las investigaciones sobre el insaponificable incluyeron las substancias precipitables mediante la digitonina

reaction of the unsaponifiable compounds which are not precipitable with digitonine. Differences between oils from green and roasted coffees thus resulted only from the amounts of separable diterpene (cafestol and kahweol).

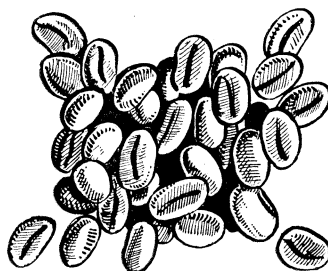
Beverages of roasted coffee prepared according to various methods have been extracted by petrol ether and ether and the residue of extraction, such as coffee oil, analysed on the sterine-free unsaponifiable portion. At the same time, the alkali-coloration of these extracted substances has been emphasized in order to appreciate possible differences.

halten des mit Digitonin unfällbaren Unverseifbaren. Unterschiede zwischen Ölen aus Roh- und Röstkaffees ergaben sich dabei nur hinsichtlich der Menge abscheidbarer Diterpene (Cafestol und Kahweol).

Röstkaffeeauszüge verschiedener Art und Bearbeitung wurden mit Petroläther und Äther extrahiert und die Extraktionsrückstände wie die Kaffeeöle auf das sterinfreie Unverseifbare untersucht. Gleichzeitig wurden für die Beurteilung etwa bestehender Unterschiede für diese extrahierten Substanzen die Alkalifärbungen ermittelt.

y la reacción espectrofotométrica del insaponificable que no se precipita con la digitonina. Las solas diferencias entre el aceite de café verde y el aceite de café tostado eran pues relativas a la cantidad de diterpeno separable (cafestol y kahweol).

Varias bebidas de café tostado preparadas según diversos métodos fueron extraídas mediante el éter de petróleo y el éter y los residuos de extracción como el aceite de café fueron examinados en el insaponificable libre de esterina. También fué indicada la coloración debida al álcali de la substancias extraídas para poder apreciar las diferencias posibles.



QUELQUES RAISONS DE L'ÉCHEC DES TENTATIVES DE RECONSTITUTION DES ODEURS NATURELLES *

C. WEURMAN

Central Institute for Nutrition and Food Research,
T. N. O., Utrecht, Pays-Bas

Les chercheurs qui travaillent dans le domaine des odeurs ont toujours espéré, une fois leurs analyses d'odeurs naturelles complexes de produits alimentaires terminées, pouvoir prouver l'exactitude de ces analyses en reconstituant l'odeur et retrouver ainsi l'odeur réelle

du produit d'origine. Aucun de ces chercheurs n'a encore réussi. Il est donc intéressant de considérer quelques-unes des raisons pour lesquelles ces efforts n'ont pas abouti.

CHROMATOGRAPHIE GAZ-LIQUIDE

La plupart d'entre nous reconnaîtront, je pense, que la chromatographie gaz-liquide est l'outil qui, depuis huit ans, a renouvelé nos chances d'aborder avec succès les problèmes de recherche sur l'odeur.

En vue des recherches sur l'odeur, il faut considérer, tout d'abord, deux dimensions de colonnes pour le support solide. La colonne préparative d'un diamètre de 10 à 25 mm, pouvant recevoir des échantillons liquides jusqu'à 5 ml, mais qui est généralement peu efficace et la colonne analytique de 3 à 6 mm de diamètre donnant de meilleures séparations, mais dont l'emploi est limité aux échantillons de 10 à 100 µl.

La figure 1, préparée d'après une étude sur quelques boissons alcooliques par mon collègue MAARSE, montre la manière d'utiliser, en analyse pratique d'odeur, ces différentes colonnes.

Un échantillon relativement volumineux d'odeurs ali-

C. WEURMAN et L. TELEGDY-KOVATS



* Communication présentée en anglais,

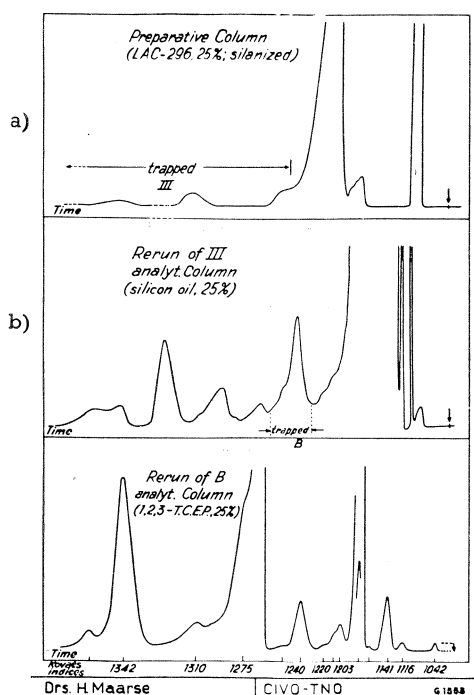


Fig. 1. — Emploi de différentes colonnes de chromatographie en phase gazeuse pour l'isolement des constituants purs d'un mélange odorant complexe.

mentaires concentrées est tout d'abord injecté dans la colonne préparative (chromatogramme a) et la quantité des composés, indiquée par III, est condensée à la sortie de la colonne dans un piège froid. Les substances condensées sont ensuite réinjectées sur une colonne analytique donnant encore une séparation insuffisante (chromatogramme b). De nouveau, une partie (B) est condensée et réinjectée dans une troisième colonne analytique, dont les propriétés diffèrent de celles de la deuxième. Quelques-uns des composés sont alors purs, comme on peut le montrer par passage sur des colonnes capillaires de Golay.

Quand, de cette façon, tous les constituants du mélange complexe ont été séparés en composés distincts, ces composés doivent être identifiés et leurs proportions relatives ou absolues estimées.

L'identification est réalisée par préparation et étude de dérivés chimiques, par passage des composés ou de leurs dérivés sur des colonnes d'adsorption chromatographique ou de partage liquide-liquide, sur papier ou sur plaques, par pyrolyse des composants piégés et chromatographie en phase gazeuse des produits de pyrolyse, par spectrométrie infra-rouge et de masse ainsi que par d'autres moyens chimiques et physiques.

Il y aurait beaucoup à dire au sujet de ces méthodes d'identification, mais à ce stade il est plus intéressant de savoir comment les échantillons analysés ont été préparés à partir du produit original.

Nous savons bien qu'avec un détecteur catharométrique classique on ne peut appliquer l'échantillon liquide d'un aliment ou d'une boisson à la colonne de chromatographie en phase gazeuse. Les constituants de l'odeur n'étant présents dans les produits alimentaires qu'en très faibles quantités, 10^{-6} ou même 10^{-9} , sans parler de la perturbation apportée par l'eau de l'échantillon, nous ne détecterions aucun composé intéressant.

Il faut donc préalablement séparer les composés volatils des non volatils et concentrer ensuite le mélange séparé en un liquide exempt d'eau.

On peut souvent combiner les étapes de séparation et de concentration, mais on utilise toujours une ou plusieurs des quatre méthodes de base suivantes :

distillation ; congélation ; adsorption ; extraction.

Nous devrions toujours tenir compte du fait que pour chacune de ces méthodes le processus de concentration suit la loi de partage. La répartition des composés étudiés ayant lieu entre :

vapeur et liquide,
liquide et liquide,
liquide ou vapeur et solide.

Nous savons aussi que la valeur du coefficient de partage détermine le degré d'efficacité de notre procédé et que cette valeur est différente pour chaque composé de notre système.

Il s'ensuit donc que la proportion des constituants du mélange de composés odorants (proportion dont l'importance est capitale pour l'impression d'ensemble de l'odeur) varie nécessairement au cours de la concentration.

L'importance de ces considérations se démontre facilement, dans l'étude pratique de l'odeur, en concentrant les composés volatils de deux échantillons du même lot d'un aliment ou d'une boisson, de deux manières différentes. Si les produits concentrés sont alors analysés par chromatographie en phase gazeuse dans les mêmes conditions, on obtient des chromatogrammes avec des aires de pics différentes.

Voici le premier cas où des renseignements en partie incorrects sont obtenus sur le produit étudié. Donc, si nous basons nos essais de reconstitution de l'odeur sur les renseignements recueillis après concentration préalable quelconque, nous devons envisager la possibilité d'un échec. Mais, au cours de la préparation de l'échantillon pour l'analyse par chromatographie en phase gazeuse, nous avons laissé échapper d'autres raisons d'échecs.

Je ne m'attarderai pas ici à discuter des formes évidentes « d'artifacts » survenant au cours des procédés de distillation fractionnée prolongée, d'extraction, d'adsorption ou pendant la chromatographie elle-même. Nous les connaissons tous et en sommes prévenus.

Mais je pense à une toute autre raison qui contrarie nos chances de succès et qui est rarement mentionnée dans les discussions de ce genre.

PHÉNOMÈNES DE PHASES PERTURBATRICES

Généralement, notre produit alimentaire se compose d'une phase aqueuse et d'une phase lipoidique. La plupart du temps aussi, ce produit comprend des matières solides (débris de cellules, protéines dénaturées, etc...) en plus des substances liquides.

Considérons maintenant un procédé de distillation à la vapeur d'eau, sous pression réduite, afin de séparer les composés volatils des non-volatils. Il importe peu que nous étudions l'odeur de la viande, de la bière, du cacao, du café ou des biscuits.

Si le travail est effectué très soigneusement et si nous obtenons, au moins en imagination, une distillation idéale, toutes les substances volatiles ainsi que l'eau seront recueillies dans le récepteur. Dans ce cas, il n'y a pas de perte et aucune modification chimique ne se produit. D'autre part, les proportions des divers constituants ne varient pas. Il est donc possible d'identifier tous les composés et de déterminer, avec précision, leurs quantités.

On pourrait penser, en prenant ces découvertes pour base, qu'une synthèse de l'odeur permettrait maintenant de retrouver vraiment l'odeur du produit original.

Il n'en est rien.

En effet, pendant la distillation, des constituants en

solution dans une fraction lipoidique du produit sont passés en solution aqueuse, modifiant ainsi leur pression de vapeur et leur contribution effective à l'odeur.

Des constituants adsorbés sur les substances solides et sur les limites de phase qui, dans cet état physique, ne participent pas à l'odeur totale du produit, ont également été libérés et sont passés en solution libre. Ces composés exercent maintenant une influence sur l'odeur, ce qu'ils ne faisaient pas dans le produit original.

Si l'on prépare des solutions de séries de composés divers à une concentration égale dans des solvants de caractères différents comme l'eau et l'huile de soja, et si l'on analyse par chromatographie en phase gazeuse de grande sensibilité les vapeurs recouvrant ces solutions, les différentes surfaces de pics de nos chromatogrammes montrent ce que j'ai tenté d'expliquer.

Nous voyons donc ici comment même une image précise des composés présents dans le produit et une connaissance exacte de leurs quantités absolues ne permettent pas de résoudre nos problèmes de reconstitution de l'odeur exacte du produit.

Dans ces conditions, ne peut-on pas éviter ces méthodes qui ne mènent qu'à des impasses ?

On le peut dans certains cas.

ANALYSE DES VAPEURS DE L'ESPACE MORT

Depuis quelques années, on utilise en chromatographie en phase gazeuse des détecteurs à ionisation très sensibles. Les détecteurs à ionisation par flamme d'hydrogène et par rayons bêta mettent en évidence la présence de 10^{-12} à 10^{-13} g d'un composé qui les traverse en 1 seconde, ce qui signifie que la plupart des composants de l'odeur les traversant nous donneront des pics distincts même s'ils sont à peine ou pas détectables par l'odorat. En d'autres termes, si nous injectons dans notre colonne de chromatographie gaz-liquide une pleine seringue des vapeurs couvrant notre produit alimentaire, les constituants de l'odeur apparaîtront sur nos chromatogrammes enregistrés. Dans ce cas, aucune variation des proportions n'a pu intervenir et il n'y a pas lieu de redouter « d'artifacts » ou de libérations de composés adsorbés, de sorte que nous avons alors la meilleure représentation possible des différents constituants et leurs proportions relatives dans la vapeur de notre produit, donc de ce que nous sentons réellement (fig. 2).

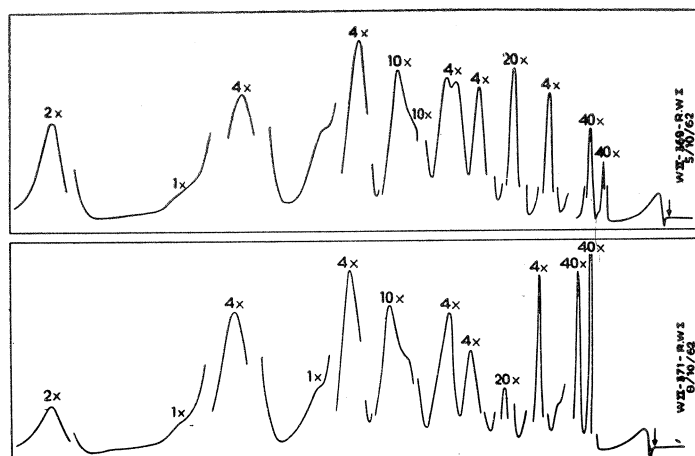


Fig. 2. — Analyses de vapeurs d'espace mort de deux qualités de café par chromatographie en phase gazeuse.

Les problèmes d'identification posés par cette technique peuvent être surmontés et nous pouvons maintenant, sur la base d'une telle analyse de vapeurs de l'espace mort*, reconstituer des odeurs comme celle du café.

Si un échantillon d'un tel mélange liquide reconstitué est évaporé complètement, on observe immédiatement l'odeur du café. Cependant si on dissout un peu de ce liquide dans de l'eau chaude ou du lait, ce qui est notre but, l'odeur véritable change instantanément.

Comme tout l'échantillon ajouté à l'eau ou au lait ne s'évapore pas, les concentrations des constituants individuels dans la vapeur diffèrent de celles dans le mélange original en fonction des coefficients de distribution spécifiques.

Ainsi nous avons encore échoué dans notre tentative de reconstitution. Finalement, pour les boissons, la solution mentionnée ci-dessous est évidente, même si elle demande beaucoup de travail pour l'appliquer convenablement.

Mais, tout d'abord, j'aimerais attirer votre attention sur le fait que les chromatogrammes des vapeurs d'espace mort, dont nous avons discuté, sont facilement faussés : nous avons tendance à accorder aux constituants individuels de l'odeur globale une importance en rapport avec celle de leurs aires de pics, alors qu'il n'existe actuellement aucune relation dans ce sens.

Cependant, lorsque j'ai montré, il y a quelque temps, les figures représentant, pour plusieurs composés, les plus faibles concentrations dans l'eau encore décelables par l'odorat, le Dr. REYMOND de Suisse m'a fait une suggestion intéressante. A partir de ces figures, nous pouvons en effet calculer et retracer un chromatogramme obtenu avec un détecteur à flamme d'hydrogène et représentant pour chaque composé ce que nous sentons.

J'ai suivi le conseil du Dr. REYMOND, fig. 3. Deux chromatogrammes d'une solution aqueuse diluée de quelques composés ont été réalisés avec un détecteur à ionisation de flamme. Le graphique 3 montre le résultat d'une injection directe du liquide alors que le graphique 2 montre l'analyse chromatographique de la

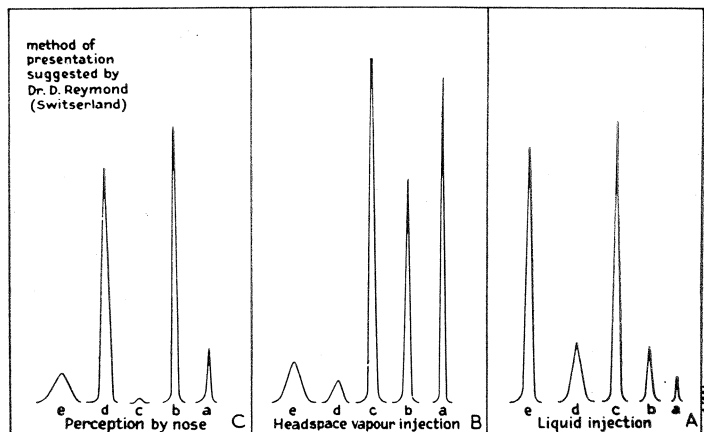


Fig. 3. — « Chromatogrammes » de la même solution de composés obtenus et présentés de différentes manières (voir texte).

vapeur couvrant cette solution. Les différences, comme nous l'escomptions, sont très marquées, mais ce qui nous intéresse le plus est le premier graphique de la figure 3 résultant du calcul d'après REYMOND. Les nettes différences entre les indications mécaniques et physiologiques des composés sont claires. Ainsi, d'après les deux derniers chromatogrammes, nous réalisons combien il est facile de mal interpréter un chromatogramme de vapeurs d'espace mort qui montre correctement la composition d'une vapeur odorante et donne une mauvaise représentation de ce que nous sentons. Il n'est rien d'autre en fait qu'une représentation de ce que « sent » un détecteur à flamme.

Enfin, dans notre discussion sur les causes d'erreurs dans la reconstitution d'odeur, nous en avons oublié une, purement « technique », même si elle est critique. Car je pense maintenant qu'il est rare, sinon impossible, de disposer de composés chimiques absolument purs pour mener à bien notre reconstitution. Et si nous savons que certains composés peuvent présenter une odeur très prononcée, simplement du fait de leur très faible teneur en impuretés (mercaptans), on conçoit que malgré un travail irréprochable, nous sombrions en vue du port.

VUES SUR L'AVENIR

A quelles conclusions aboutissons-nous à la suite des considérations que nous venons d'exposer ? Aurons-nous jamais la chance de préparer une odeur naturelle correctement reconstituée ?

* « L'air » ou le mélange de vapeurs se trouvant au-dessus de l'aliment ou de la boisson dans un récipient fermé, mais non rempli, est généralement appelé vapeurs de l'espace mort ou plus simplement espace mort.

D'autre part, cette forme d'analyse est mentionnée comme analyse directe de vapeur.

Nous réussissons dans les cas, pour la plupart encore inconnus et dont il n'existe sans doute que quelques exemples, où l'odeur naturelle d'un produit est basée sur un seul ou seulement quelques constituants individualisés. En fait, et contrairement à ce que j'ai dit au début, on a déjà réussi dans quelques-uns de ces cas.

Dans les autres cas, le problème sera cependant plus difficile à résoudre. Lorsque l'odeur naturelle est fondée sur l'effet réciproque complexe et la proportion d'un grand nombre de constituants, nous pouvons aussi réussir si le phénomène des phases ne joue pas un rôle

trop important. C'est souvent le cas pour les études de boissons et ceci démontre clairement les avantages des analyses de vapeurs d'espace mort par chromatographie en phase gazeuse. Cependant, après évaluation des chromatogrammes obtenus, la concentration de chaque constituant dans la boisson elle-même doit être établie avec précaution en vue des tentatives de reconstitution d'odeur.

Mais pour les systèmes où de tels phénomènes sont

intrinsèques du produit, donc de l'odeur globale, je crains que nous ne soyons destinés à échouer longtemps encore. La reconstitution sur la base de nos déterminations nécessiterait l'étude de l'influence des structures et des limites de phase avec un nombre presque illimité de variantes.

La seule solution serait peut-être de demander l'aide du vieil artiste qui sait donner de l'arôme aux mélanges commerciaux.

DISCUSSION

M. TELEGDY-KOVATS : tous les « pics » du diagramme ont-ils été identifiés ou n'a-t-on qu'un profil de comparaison ?

— *M. WEURMAN* : cela dépend des arômes ; pour celui du café, tous les pics ne sont pas identifiés.

M. PAARDEKOOPER : avec la chromatographie en phase gazeuse capillaire, on trouve pour le moment 250 composants de l'arôme.

M. NAVELLIER : je ne suis pas surpris des difficultés rencontrées à vouloir reconstituer un arôme. Si une suite est donnée aux travaux du colloque, je souhaite qu'une place importante soit faite à cette question.

WEURMAN (C.). — **Quelques raisons de l'échec des tentatives de reconstitution des odeurs naturelles.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 341-346, fig.

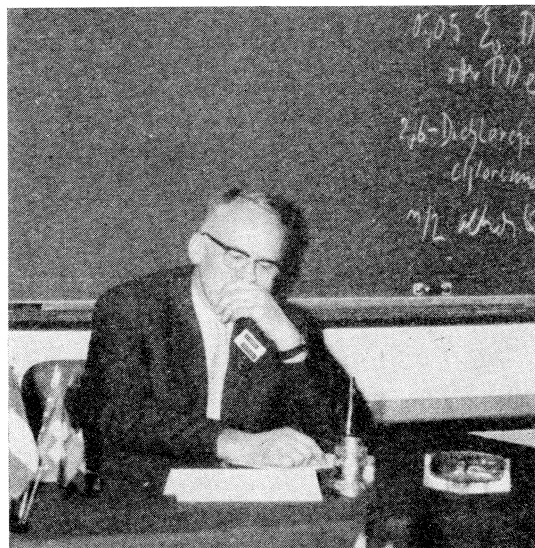
L'A. rappelle d'abord les principes de base de la chromatographie gaz-liquide, puis étudie les différentes raisons pour lesquelles on n'est pas encore parvenu à reconstituer une odeur naturelle de produits alimentaires.

Les causes d'échec tiennent principalement :

- à la nécessité de concentrer le mélange aromatique volatil, séparé des composés non-volatils,
- à la formation de produits élaborés,
- à la présence dans les aliments d'une phase aqueuse, d'une phase lipodique et de matières solides, et à l'absence de ces phases dans le mélange reconstitué.

Les détecteurs de type à ionisation, détecteur à flamme d'hydrogène et détecteur à ionisation par rayon β , très sensibles, permettent maintenant d'enregistrer sur chromatogramme des pics distincts pour tous les composants de l'odeur, même ceux qui sont à peine ou pas décelables par l'odorat. On obtient ainsi une image précise de la variété et de la proportion relative des divers composants aromatiques présents dans la vapeur. Mais si l'on veut ensuite reconstituer l'odeur du produit, on échoue. En effet, pour le café par exemple, dès que le mélange aromatique est dissous dans l'eau et le lait, l'odeur change par suite de la modification des concentrations des constituants individuels dans la vapeur. D'autre part, le chromatogramme obtenu par cette méthode est facilement mal interprété et sa conversion en un chromatogramme directement lisible nécessite beaucoup de travail.

Il sera possible de reconstituer l'odeur naturelle d'un produit dans le cas où celle-ci est fondée sur un seul ou quelques composants simples ou encore dans le cas complexe, lorsqu'il arrive que le phénomène de phase ne joue pas un rôle important. Dans les autres cas, il est à craindre que l'échec ne soit notre lot pendant encore longtemps.



Le Dr C. ENGEL, président la troisième séance.

WEURMAN (C.). — **Some reasons for the failure of attempts to reconstitute natural odours.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 4, oct.-déc. 1963, p. 341-346, fig.

The Author gives a general outline of the basic principles of gas-liquid chromatography, then goes on to consider some of the reasons why we have yet to succeed in reconstituting a natural food odour.

Reasons for this failure are mainly due to :

— the necessity of concentrating the volatile compound mixture, separated from non-volatile compounds ;

— the formation of artifacts ;

— the presence in food of an aqueous phase, of a lipoidic phase and the existence of solid matter and the fact that these phases are missing in the reconstituted mixture.

With sensitive detectors of the ionization type — hydrogen flame detectors and Beta-ray ionization ones — now available, it is possible to make chromatogram recordings with distinct peaks for most odorous compounds including those present in amounts just or not quite detectable by smell. Such chromatograms give an accurate picture of the variety and relative degree of aroma compounds in the vapour. However, if we try to re-create the odour of a product on this basis, our efforts remain unavailing. As soon as the odorous mixture is added to milk or water, as in the case of coffee, the aroma alters on account of changes in the individual constituent concentrations in the vapour. Moreover, a « head-space » chromatogram on these lines is easily misconstrued and calls for considerable toil if it is to be converted into one directly readable.

It will be possible to re-create the odour of a product successfully when it is based on a few simple composing elements, or, in more complex instances, when the phase phenomenon does not play an important part. In all other cases, it is to be feared that failure will be our lot for a long time to come.

WEURMAN (C.). — **Einige Gründe des Misserfolges der Wiederherstellungsmethode der Naturgerüche.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 4, oct.-déc. 1963, p. 341-346, fig.

Der Verfasser erinnert zuerst an die Grundsätze der Gasliquidchromatographie und untersucht die verschiedenen Gründe, aus welchen es noch niemand gelungen ist, einen Naturgeruch unserer Nahrung wiederherzustellen.

Die Gründe dieses Misserfolges liegen besonders an :

— der Notwendigkeit, die von den nichtflüchtigen Bestandteilen getrennten flüchtigen aromatischen Mischung zu konzentrieren,

— der Bildung ausgearbeiteter Produkte,

— dem Vorhandensein einer wässrigen Phase, einer fettartigen Phase und der festen Stoffe in unserer Nahrung und der Abwesenheit dieser Phasen in der wiederhergestellten Mischung.

Die sehr empfindlichen Ionisierungsdetektoren — Wasserstoffflammdetektor und β Strahleneinfangdetektor, ermöglichen jetzt, für alle Geruchsbestandteile und sogar für diejenigen die kaum oder nicht durch den Geruch wahrnehmbar sind, verschiedene Maxima auf einem Chromatogramm zu verzeichnen. So erhält man ein bestimmtes Bild der Sorte und des relativen Verhältnisses der verschiedenen im Dampf vorhandenen aromatischen Bestandteile. Wenn man aber den Geruch des Artikels wiederherstellen will, gelingt es nicht. Beim Kaffee zum Beispiel, sobald die aromatische Mischung in Wasser oder in Milch aufgelöst ist, verwandelt sich der Geruch infolge der Veränderung der Konzentration der einzelnen Bestandteile in Dampf. Andererseits wird das durch diese Methode erhaltene Chromatogramm leicht falsch abgelesen und seine Verwandlung in ein unmittelbar lesbares Chromatogramm erfordert viel Arbeit.

Es wird möglich sein den Naturgeruch des Produktes wiederherzustellen, wenn dieser auf nur einem oder einigen einfachen Bestandteilen begründet ist, oder sogar in verwickelten Fällen, wenn der Phasenvorgang keine wichtige Rolle spielt. In den anderen Fällen ist es zu befürchten, dass es uns noch lange nicht gelingen wird.

WEURMAN (C.). — **Algunas causas del fracaso de las tentativas de reconstitución de los olores naturales.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 4, oct.-déc. 1963, p. 341-346, fig.

El Autor recuerda primero los principios básicos de la cromatografía gas-liquido y después estudia las varias razones que explican porque no se ha podido aún reconstituir un olor natural de nuestros alimentos.

Las causas de este fracaso provienen principalmente :

— de la necesidad de concentrar la mezcla aromática volátil, separada de los compuestos no volátiles,

— de la formación de productos elaborados,

— de la presencia en los alimentos de una fase acuosa, de una fase lipoidica y de sustancias sólidas y de la ausencia de esas fases cuando se reconstituye la mezcla.

Los detectores de tipo de ionización, el detector de llama de hidrógeno y el detector de ionización por medio del rayo β , son muy sensibles y permiten hoy registrar en el cromatograma picos distintos para todos los componentes del olor, aún los que apenas o nada se perciben por el olfato. Así se obtiene una figura precisa de la variedad y de la proporción relativa de los diversos componentes aromáticos presentes en el vapor. Pero no es posible con ellos reconstituir el olor. Efectivamente, para el café por ejemplo, apenas se disuelve la mezcla aromática en el agua o en la leche, el olor cambia a consecuencia de la modificación de las concentraciones de los constituyentes individuales en el vapor. Por otra parte es muy frecuente una mala interpretación del cromatograma obtenido por medio de este método y para convertirlo en un cromatograma directamente legible se necesita mucho trabajo.

Será posible reconstituir el olor natural de un producto cuando se funde sobre uno o varios componentes simples o, en el caso complejo, cuando el fenómeno de fase no desempeñe un papel importante. En los demás casos los ensayos de reconstitución de los olores naturales no pueden salir bien.

ACTION PHYSIOLOGIQUE ET PSYCHOLOGIQUE DE LA CAFÉINE CHEZ L'HOMME NORMAL AU COURS DU TRAVAIL ET AU COURS DU SOMMEIL

B. METZ
Faculté de Médecine de Strasbourg

Le texte de cette communication ne nous étant pas encore parvenu, nous n'en publions ici que le résumé. Étant donné l'intérêt de ce travail, nous espérons cependant pouvoir le faire paraître dans un prochain numéro de notre revue.

La Rédaction

Résumé

Deux séries d'expériences ont été effectuées, l'une sur neuf sujets, l'autre sur douze sujets, en vue de mettre en évidence certains effets physiologiques et psychologiques de la caféine, comparativement à ceux d'un placebo administré dans les mêmes conditions. Dans la première série, la quantité de caféine ingérée a été de 400 mg, ingérés en quatre heures. Dans la deuxième série, elle a été de 800 mg, ingérés en 24 heures.

Du point de vue physiologique, on a trouvé au cours d'un travail musculaire standard effectué dans une ambiance à 32° C :

- un léger ralentissement de la fréquence cardiaque ;
- une légère élévation de la température rectale ;
- une absence d'effet sur le débit urinaire et sur le débit sudoral ;
- une élévation de l'excrétion urinaire de noradrénaline.

Du point de vue psychologique, dans l'exécution d'une tâche synthétique de choix multiple et de surveillance, on a constaté :

- une accélération de la cadence de réponse ;
- une diminution de la fréquence des erreurs ;
- une élévation de la vigilance.

Au cours du sommeil, on a constaté :

- une augmentation du nombre de mouvements ;
- une réduction de la durée des périodes de tranquillité ;
- un ralentissement de la fréquence cardiaque ;
- un abaissement de la température rectale au cours de la deuxième moitié de la nuit, contrastant avec le niveau plus élevé au moment de l'endormissement.

Conclusion

Pour des doses de caféine voisines de celles ingérées par des buveurs modérés de café, l'amélioration immédiate de vigilance a pour contre-partie, au moins pendant la première moitié de la nuit, une diminution de la profondeur du sommeil qui, par un effet cumulatif encore à étudier dans le cas d'ingestions de caféine s'étendant sur plusieurs jours, pourrait complètement annuler l'effet bénéfique de la caféine sur la vigilance diurne.

METZ (B). — **Physiological and psychophysiological effects of caffeine in normal man during work and sleep.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 347-348.

Two series of experiments, involving respectively 9 and 12 subjects were conducted to investigate the physiological and psychophysiological effects of caffeine, as compared with those of a placebo given under the same experimental conditions. In the first series, an amount of 400 mg caffeine was taken within 4 hours. In the second series, the amount was 800 mg ingested within 24 hours.

During standard periods of muscular work in a dry-warm environment, the physiological effects were :

- a slight decrease of the heart rate ;
- a slight increase of the rectal temperature ;
- no variation in urinary and sweat outputs ;
- a moderate increase in the urinary noradrenalin output.

During the performance of a standard sensorimotor task combining a continuous multiple choice process and a vigilance duty the psychophysiological effects were :

- a slight increase of the overall rate of operation ;
- a moderate decrease of the frequency of errors ;
- a moderate improvement in peripheral vigilance.

During sleep, the following effects were found :

- an increase of the number of spontaneous body movements ;
- a shortening of the duration of complete rest phases ;
- a slight decrease of the heart rate ;
- a larger decrease of the rectal temperature which started from a higher level when falling asleep to a lower level towards the end of the night.

Conclusion

For amounts of caffeine of the magnitude of those ingested spontaneously by moderate coffee drinkers, the improvement of vigilance is followed, at least during the first hours of the next night, by a definite reduction of the depth of sleep, which if cumulated over successive days, might completely curtail the instantaneous beneficial effects on day-time vigilance.

METZ (B). — **Physiologische und psychologische Wirkungen des Coffeins auf normale Menschen während der Arbeit und während des Schlafens.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 347-348.

Zwei Versuchsreihen — eine mit neun und die andere mit zwölf Patienten — sind durchgeführt worden, in der Absicht gewisse physiologische und psychologische Wirkungen des Coffeins im Vergleich mit denjenigen eines unter selben Umständen eingegebenen Placebos nachzuweisen. Bei der ersten Versuchsreihe hat man 400 mg Coffein in vier Stunden und bei der zweiten 800 mg Coffein in 24 Stunden einnehmen lassen.

Vom physiologischen Standpunkt hat man während einer Standardmuskulararbeit bei einer Umgebungstemperatur von 32°C folgendes verzeichnet :

- eine leichte Verlangsamung der Herzfrequenz,
- eine leichte Steigerung der rektalen Temperatur,
- keine Wirkung auf die Harn- und Schweissausscheidung,
- eine Steigerung der Noradrenalin-absonderung im Harn.

Vom psychologischen Standpunkt hat man bei der Durchführung einer synthetischen Arbeit, die eine vielfache Auswahl und Aufsicht erforderte, folgendes festgestellt :

- eine Beschleunigung der Beantwortung,
- eine Verminderung der Fehlerhäufigkeit,
- eine Wachsamkeitserhöhung.

Beim Schlafen hat man folgendes festgestellt :

- eine Vermehrung der Bewegungshäufigkeit,
- eine Verkürzung der Ruhezeiten,
- eine Verlangsamung der Herzfrequenz,
- eine Verminderung der rektalen Temperatur während der zweiten Hälfte der Nacht im Gegensatz zu der höheren beim Einschlafen vorhandenen Temperatur.

Schlussfolgerung

Für die ungefähren Coffeinemengen, die durch mässige Kaffeetrinker eingenommen werden, verzeichnet man neben der unverzüglichen Wachsamkeitsverbesserung eine wenigstens während der ersten Hälfte der Nacht vorhandene Verminderung der Tiefe des Schlafes, die — durch eine noch zu erforschende kumulative Wirkung im Falle von über mehrere Tage erstreckte Coffeinführungen — die vorteilhafte Coffeinwirkung auf die Wachsamkeit während des Tages durchaus vernichten könnte.

METZ (B.). — **Acciones fisiológicas y psicológicas de la cafeína en el hombre normal mientras trabaja y duerme.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 347-348.

Efectuáronse dos series de experimentos, una con 9 individuos, otra con 12, para poner en evidencia varios efectos fisiológicos y psicológicos de la cafeína comparados con los de un placebo suministrado en condiciones idénticas. En la primera serie 400 mg de cafeína fueron ingeridos en un espacio de cuatro horas, en la segunda 800 mg en 24 horas.

Desde el punto de vista fisiológico durante un trabajo muscular estandar hecho en un ambiente a 32° C, se observó :

- una ligera disminución de la frecuencia cardiaca ;
- una pequeña elevación de la temperatura rectal ;
- ningún efecto sobre la cantidad de orina y de sudor ;
- un aumento de la secreción de noradrenalina en la orina ;

Desde el punto de vista psicológico, en la ejecución de un trabajo sintético que se acompaña de decisión y de un trabajo de control, se notó :

- una aceleración del ritmo de respuesta ;
- una disminución de frecuencia de los errores ;
- un aumento de vigilancia.

Durante el sueño se observó :

- un incremento del número de movimientos ;
- una menor duración de los períodos de tranquilidad ;
- una disminución de la frecuencia cardiaca ;
- una disminución de la temperatura rectal durante la segunda mitad de la noche, contrastando con el nivel de temperatura más alto cuando el individuo está para dormirse.

En conclusión, una dosis de cafeína correspondiente a un uso moderado de café se acompaña de una mejora inmediata de la vigilancia, pero con la desventaja de disminuir, por lo menos durante la primera mitad de la noche, la profundidad del sueño; el efecto de acumulación de este fenómeno que no ha sido aún estudiado podría, cuando las ingestiones de cafeína se continúan durante varios días, anular completamente el efecto benéfico de la cafeína sobre la vigilancia diurna.

RECHERCHE DU BENZO 3,4 PYRÈNE DANS LE CAFÉ VERT ET TORRÉFIÉ ET DANS LES SOUS-PRODUITS DE TORRÉFACTION

F. CHASSEVENT

Chimiste-physicienne à l'I. F. C. C.

M. HÉROS

Laboratoire Municipal de la Ville de Paris

I. INTRODUCTION

Ces dernières années de nombreux travaux ont été publiés sur la présence d'hydrocarbures polycycliques aromatiques et plus particulièrement d'hydrocarbures polycycliques aromatiques cancérigènes dans les poussières atmosphériques (WALLER R. E.¹ ; COOPER R. L.² ; KOTIN P., FALK H. L., MADER P. et THOMAS M.³), dans les produits pyrolysés (KURATSUNE M.⁴, LATARJET R., CUSIN J. L., HUBERT-HABART M., MUEL B., ROYER⁵), dans divers aliments fumés comme le poisson (BAILEY E. J. et DUNGAL N.⁶, GORELOVA N. D. et DEEKOON P. P.⁷), dans des animaux marins (CAHNMANN H. J. et KURATSUNE M.⁸, LALOU G., MALLET L., HEROS M.⁹).

DAVIES W. et WILMSHURST J. R.¹⁰ ont conclu à la formation de 3,4 Benzopyrène à partir d'amidon traité à 370-390 °C. KURATSUNE et HUEPER^{11,12} ont recherché les hydrocarbures polycycliques aromatiques dans des suies de torréfaction de café, dans des mélanges commerciaux de cafés (Arabica ?) diversement torréfiés et ont obtenu des réactions positives sur plusieurs échantillons. D'autre part HUEPER et PAYNE¹³ ont étudié les propriétés cancérigènes des suies de torréfaction de café sur des animaux de laboratoire et concluent à la possibilité, pour les suies de torréfaction, de contribuer en partie à la mortalité élevée en Nouvelle-Orléans, par cancer des voies respiratoires. Précédemment, plusieurs auteurs, dont ROFFO A. M.^{11,15,16}, WIDMARK E. M. P.¹⁷, EICHLER O. et VOLLMER H.¹⁸ s'étaient penchés sur des problèmes semblables.

Nous avons entrepris une nouvelle étude en utilisant surtout des cafés Robusta et en nous attachant plus spécialement à la recherche du Benzo 3,4 pyrène, corps reconnu, depuis longtemps, par de nombreux auteurs, pour son pouvoir fortement cancérigène.

Nous avons pris comme produit de base un café vert Robusta de Nouvelle-Calédonie et un café vert Arabica également de Nouvelle-Calédonie. Ces échantillons de base ont été torréfiés à quatre degrés différents, clair, moyen, foncé, carbonisé, dans un torrificateur expérimental. Un peu plus tard, disposant d'un nouveau torrificateur expérimental, muni de dispositifs permettant un réglage et une mesure de la température centrale du tambour plus précis, nous avons repris les essais sur un café Robusta de Nouvelle-Calédonie, torréfié à cinq degrés différents, c'est-à-dire torréfactions commençante, claire, moyenne, foncée, carbonisée. Nous avons, dans la deuxième série d'essais, rassemblé les pellicules argentées séparées du café Robusta torréfié.

Nous n'avons pas pu recueillir les suies trop peu abondantes engendrées au cours des torréfactions expérimentales, mais nous avons pu nous procurer des suies de torréfaction industrielle.

Les recherches du Benzo 3,4 pyrène ont été effectuées par chromatographie et spectrophotométrie de fluorescence sur les fractions extractibles par l'éther de pétrole.

2. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Les torrifications de la première série d'essais ont été effectuées dans un torrificateur expérimental à chauffage électrique indirect et mesure de la température par un thermomètre à dilatation disposé en dehors du tambour. Cette mesure étant très insuffisante, nous avons placé un thermomètre à mercure à la sortie de la cheminée du torrificateur et relevé les températures indiquées au début et à la fin de chaque torrification. Ces valeurs ne fournissent d'ailleurs qu'une indication de la température des fumées, puisqu'il était impossible de déterminer la température à l'intérieur du tambour de torrification.

Les indications de température, perte de masse, gonflement apparent et durée des torrifications claire,

moyenne, foncée, carbonisée, des cafés Robusta et Arabica de Nouvelle-Calédonie ainsi traités sont rassemblées dans les tableaux I et II.

Nous avons refait des essais sur du café Robusta avec un nouveau torrificateur expérimental, également à chauffage électrique indirect. Ce second appareil se différencie du premier par un réglage assez fin et une mesure précise, par thermocouple, de la température régnant au centre du tambour. Il comporte en outre un système de ventilation réversible uniformisant la température dans le tambour au cours de la torrification et permettant un refroidissement rapide du café sur le crible de réception en fin d'opération, avec récolte des

TABLEAU I

Degrés de torrification pour la recherche du Benzo 3,4 pyrène
Café Robusta Nouvelle-Calédonie

Degré de torrification	Température initiale, °C (cheminée)	Température finale, °C (cheminée)	Durée de torrification, mn	Perte de masse brute, %	Gonflement apparent, %
Torrification claire	235	238	8,5	13,1	58
Torrification moyenne.....	210	235	15	16,5	78
Première torrification foncée	240	245	11	24,6	100
Deuxième torrification foncée	220	230	11,5	28,8	98
Torrification carbonisée	270	265	12	49,2	125

TABLEAU II

Degrés de torrification pour la recherche du Benzo 3,4 pyrène
Café Arabica Nouvelle-Calédonie

Degré de torrification	Température initiale, °C (cheminée)	Température finale, °C (cheminée)	Durée de torrification, mn	Perte de masse brute, %	Gonflement apparent, %
Torrification claire	260	250	7	12,9	69
Torrification moyenne.....	240	245	9	16	88
Première torrification foncée	235	248	11	27,2	100
Deuxième torrification foncée	230	230	10	27,5	110
Torrification carbonisée	280	246	15	45	98

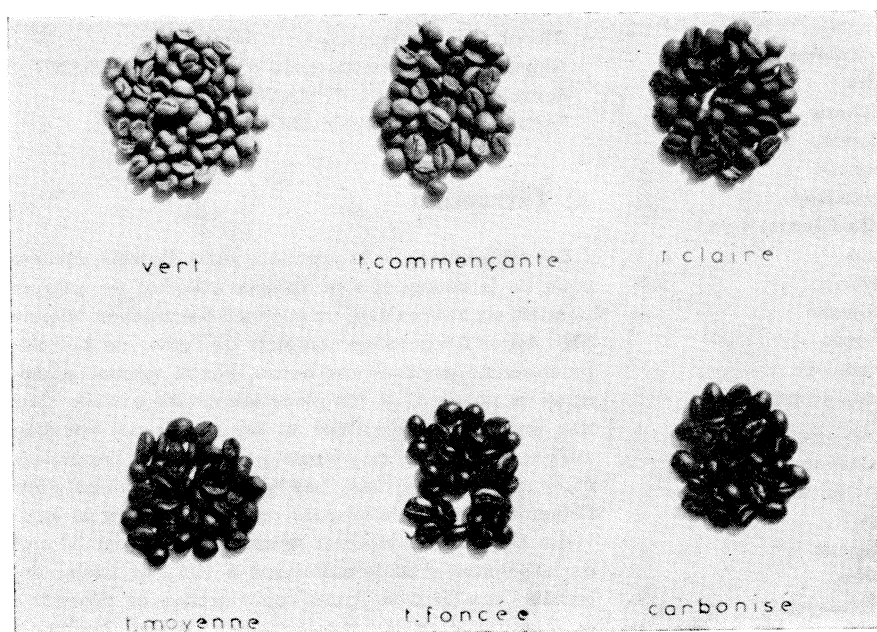


Fig. 1 : café ayant subi cinq degrés de torréfaction différents.

pellicules argentées. Nous avons fait cinq torréfactions différentes : commençante, claire, moyenne, foncée, carbonisée (cf. fig. 1), en conservant toujours la même température initiale 180 °C et la même température finale 250 °C, la seule variable étant la durée de torréfaction :

- 8 minutes pour la torréfaction commençante,
- 10 minutes pour la torréfaction claire,
- 12 minutes pour la torréfaction moyenne,
- 14 minutes pour la torréfaction foncée,
- 17 minutes pour la torréfaction carbonisée.

Les valeurs de la perte de masse et du gonflement apparent pour ces torréfactions sont rassemblées dans le tableau III.

Après torréfaction, on a procédé à la mouture des divers échantillons avec un broyeur Forplex pour le café vert et un moulin électrique ménager pour le café torréfié.

TABLEAU III
Degrés de torréfaction pour la recherche du Benzo 3,4 pyrène
Café Robusta Nouvelle-Calédonie

Degré de torréfaction	Durée de torréfaction mn	Perte de masse brute %	Gonflement apparent %
Torréfaction commençante	8	6	35
Torréfaction claire .	10	9,5	58
Torréfaction moyenne	12	13	77
Torréfaction foncée	14	18,5	92
Torréfaction carbonisée	17	28	100

3. TECHNIQUE ANALYTIQUE

La méthode qui nous a semblé le mieux convenir à la recherche du Benzo 3,4 pyrène dans nos échantillons est celle mise au point au Laboratoire municipal de la ville de Paris par KLING A. et Mme M. HEROS^{19,20}. Cette technique comprend une séparation chromatographique

sur colonne d'alumine des substances préalablement extraites par l'éther de pétrole et l'examen des spectres de fluorescence des différentes fractions obtenues. Nous précisons dans les différentes parties de la méthode les raisons nous ayant poussés à ce choix.

ÉCHANTILLONS ÉTUDIÉS

Première série d'essais	Robusta (Nouvelle-Calédonie) vert
	Torréfaction claire
	Torréfaction moyenne
	1 ^{re} torréfaction foncée
	2 ^e torréfaction foncée
	Torréfaction carbonisée
	Arabica (Nouvelle-Calédonie) vert
	Torréfaction claire
	Torréfaction moyenne
1 ^{re} torréfaction foncée	
2 ^e torréfaction foncée	
Torréfaction carbonisée	
Suies de torréfaction industrielle	
Deuxième série d'essais	Robusta (Nouvelle-Calédonie) vert
	Torréfaction commençante
	Torréfaction claire
	Torréfaction moyenne
	Torréfaction foncée
	Torréfaction carbonisée
	Endosperme de Robusta (Nouvelle-Calédonie) torréfié
	Suies de torréfaction industrielle

Solution d'acide sulfurique à 10 %.

Alcool méthylique.

Alumine Merck standardisée d'après BROCKMANN.

Benzo 3,4 pyrène (HOFFMANN-LA ROCHE).

Benzo 3,4 pyrène (PROLABO).

a) Extraction

Les échantillons de la première série d'essais, comme ceux de la seconde, sont épuisés à l'éther de pétrole pendant six heures dans un appareil d'extraction continu BBS. Après évaporation complète de l'éther de pétrole, on saponifie pendant une heure, par la solution alcoolique de potasse 1 N. On place ensuite les extraits dans des ampoules à décanter et on extrait de nouveau avec 50 cm³ d'éther de pétrole, par agitation, l'opération étant répétée cinq fois. Les extraits en solution dans l'éther de pétrole sont alors rassemblés dans de nouvelles ampoules à décanter, traités deux fois par 30 cm³ de la solution d'acide sulfurique à 10 % et finalement lavés à l'eau distillée. Après concentration, on procède à la séparation chromatographique des extraits obtenus.

b) Chromatographie

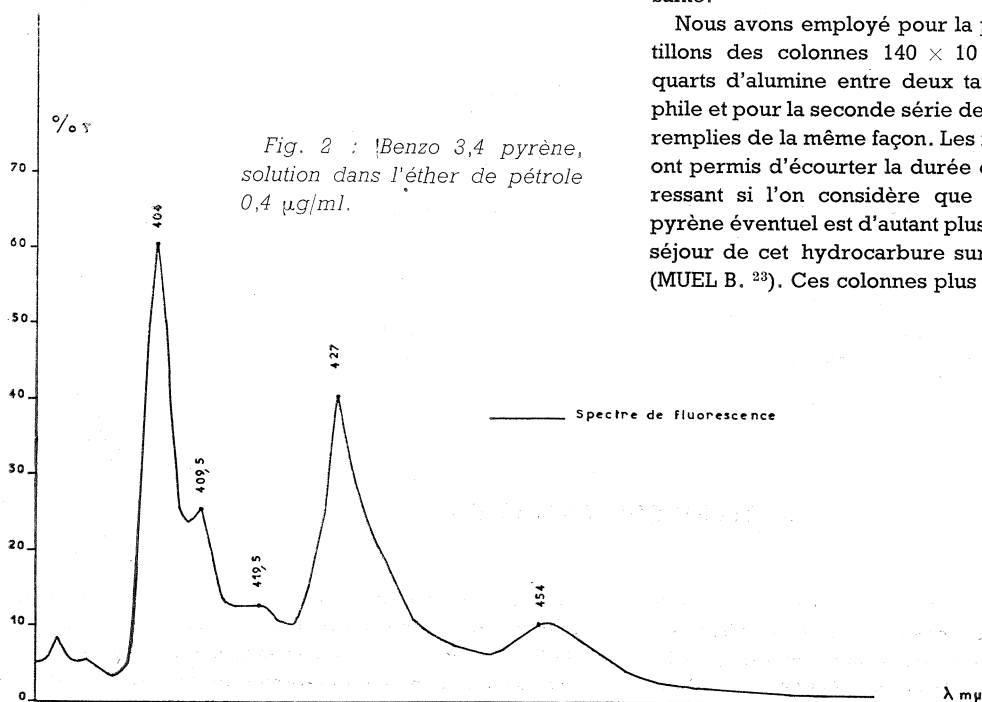
Parmi les diverses méthodes envisagées, chromatographie en couche mince (selon la technique de STAHL²¹), chromatographie de partage sur papier²², la chromatographie de colonne utilisant comme absorbant l'alumine Merck standardisée d'après Brockmann et comme solvant l'éther de pétrole nous a semblé la plus intéressante.

Nous avons employé pour la première série d'échantillons des colonnes 140 × 10 mm garnies aux trois quarts d'alumine entre deux tampons de coton hydrophile et pour la seconde série des colonnes 480 × 6 mm, remplies de la même façon. Les nouvelles colonnes nous ont permis d'écourter la durée d'éluion, ce qui est intéressant si l'on considère que la perte en Benzo 3,4 pyrène éventuel est d'autant plus élevée que le temps de séjour de cet hydrocarbure sur l'alumine est plus long (MUEL B.²³). Ces colonnes plus étroites assurent d'autre

RÉACTIFS

Ether de pétrole 35-75 purifié par adsorption chromatographique sur alumine.

Solution alcoolique de potasse 1 N.



part une séparation plus fine, évitant, dans le cas de détection du Benzo 3,4 pyrène, de recourir à une deuxième séparation chromatographique, comme nous y avons été amenés avec les colonnes plus larges. Au cours de la séparation chromatographique, toutes les colonnes sont entourées de papier noir pour éviter la photooxydation des hydrocarbures. Les solutions concentrées sont versées directement sur les colonnes et éluées par l'éther de pétrole. Pour activer la séparation, on peut poursuivre l'élué avec un mélange éther de pétrole-benzène (95 : 5). Les colonnes sont examinées régulièrement à la lumière de Wood pour constater la migration des différentes substances présentes, en évitant une exposition trop longue qui conduirait à une photooxydation. On observe, à la lumière de Wood, dans chaque colonne, les diverses zones de fluorescence. Les colonnes se présentent généralement de la façon suivante, de haut en bas :

Zone jaune
 Zone ± bleue
 Zone ± violette
 Zone ± bleue
 Zone ± violette

Après migration suffisante, les différentes zones chromatographiques de chaque colonne sont séparées par découpage et chacune placée dans un petit cristallin (*).

c) Spectrophotométrie

Nous avons préféré l'examen des spectres de fluorescence des différentes fractions plutôt que celui des spectres d'absorption. En effet, la méthode par absorption est beaucoup moins sensible et des essais comparatifs

* Nota : la méthode consistant à recueillir les divers éluats au moyen d'un collecteur de fraction fournit des séparations moins bonnes, l'élué étant plus rapide à l'intérieur de la colonne qu'à la périphérie.

ont montré que par fluorescence de très petites quantités de Benzo 3,4 pyrène sont observables alors que le spectre d'absorption ne donne aucune bande caractéristique. La méthode est basée sur la proportionnalité de l'intensité de fluorescence avec la concentration lorsque celle-ci reste faible.

Nous avons utilisé pour l'étude des spectres de fluorescence un spectrophotomètre enregistreur (LERES type T 2 D) pour la première série d'essais et un spectrophotomètre à lecture directe pour la deuxième série (ZEISS PM Q II), tous deux étant munis d'un dispositif de fluorescence.

Le spectre de fluorescence du Benzo 3,4 pyrène témoin, en solution dans l'éther de pétrole, présente les bandes caractéristiques suivantes :

404 m μ bande ultime
 409,5 m μ
 419,5 m μ
 427 m μ bande ultime
 454 m μ

cf. fig. 2.

Nous avons tracé les courbes : intensité de fluorescence en fonction de la concentration, à deux amplifications différentes, pour les deux raies ultimes 404 et 427 m μ , pour 0,1, 0,2, 0,3, 0,4 μ g de Benzo 3,4 pyrène pour 1 ml d'éther de pétrole, et nous avons ainsi constaté que la courbe concernant la raie ultime 427 m μ est celle qui tend le plus vers une droite. De sorte que dans tous les cas où le Benzo 3,4 pyrène a été décelé, nous avons effectué le dosage en comparant les intensités de fluorescence pour cette bande à celles de solutions témoins et en mesurant la hauteur des pics à partir des lignes de base de COOPER².

Nous avons procédé de la manière suivante : chaque zone chromatographique présentant une fluorescence bleue ou violette en lumière de Wood est reprise par 3,5 cm³ d'éther de pétrole + 2 gouttes d'alcool méthylique et le spectre de fluorescence de cette solution est étudié de 390 à 500 m μ .

4. RÉSULTATS

Les spectres de fluorescence obtenus à partir des extraits de café Robusta vert, clair, moyen, foncé, carbonisé, de café Arabica vert, clair, moyen, carbonisé, pour la première série, et de café Robusta vert, de torréfaction commençante, claire, moyenne, foncée, carbonisée, pour la deuxième série d'essais, présentent des courbes en cloche avec maximum entre 440 et 480 m μ correspondant à un produit exempt d'hydrocarbures polycondensés.

Dans aucun des échantillons cités ci-dessus, nous n'avons mis en évidence le Benzo 3,4 pyrène, la quantité limite décelable par la méthode étant de 0,01 μ g.

Par contre, une zone de fluorescence bleue du café Arabica, première torréfaction foncée, a donné un spectre de fluorescence présentant les bandes caractéristiques du spectre de fluorescence du Benzo 3,4 pyrène avec des impuretés interférentes. Pour doser ce Benzo 3,4 pyrène, nous avons procédé par la méthode de « dilutions successives » (KLING et HEROS^{20,24}) suivies de surcharges par du Benzo 3,4 pyrène témoin : la solution est diluée jusqu'à l'obtention d'une courbe ne présentant que très faiblement les bandes ultimes 404 et 427 m μ , puis on ajoute des quantités déterminées de Benzo 3,4 pyrène témoin et on compare les intensités de

Fig. 3 : Présence de Benzo 3,4 pyrène dans l'endosperme de café Robusta (Nlle-Calédonie) torréfié.

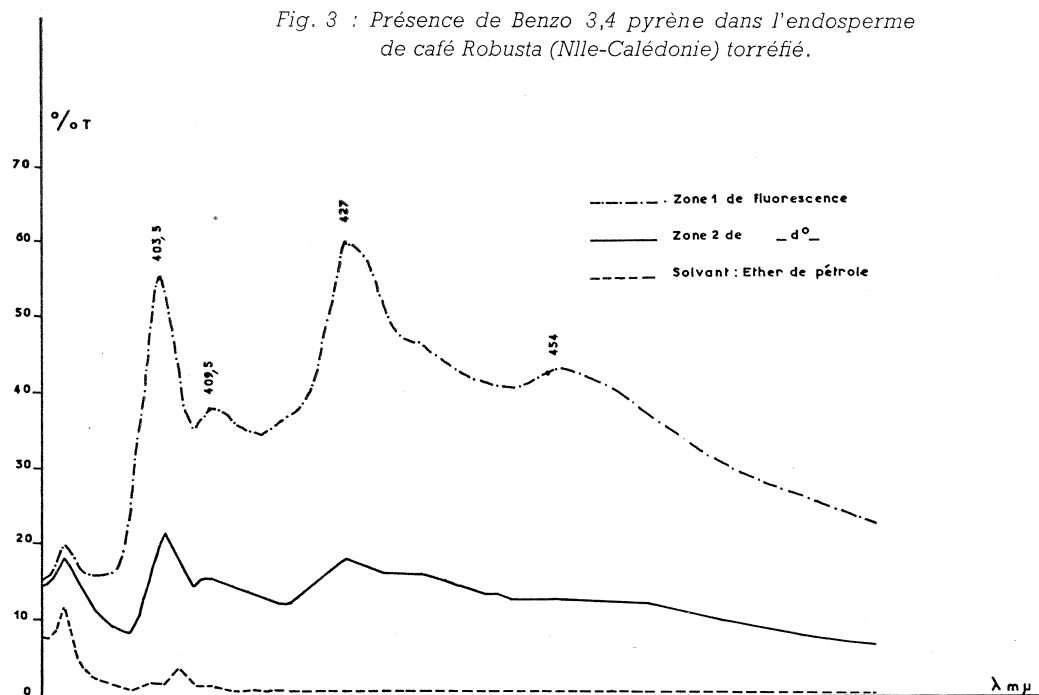


TABLEAU IV

Première série d'essais (Robusta)

Produit étudié	Benzo 3,4 pyrène présent en μg pour 100 g de produit tel quel
Café Robusta (Nelle-Calédonie) vert	Absence ou quantité inférieure à 0,01
Café Robusta (Nelle-Calédonie) Torréfaction claire	Absence ou quantité inférieure à 0,01
Café Robusta (Nelle-Calédonie) Torréfaction moyenne ...	Absence ou quantité inférieure à 0,01
Café Robusta (Nelle-Calédonie) Première torréfaction foncée	Absence ou quantité inférieure à 0,01
Deuxième torréfaction foncée	Absence ou quantité inférieure à 0,01
Café Robusta (Nelle-Calédonie) Torréfaction carbonisée..	Absence ou quantité inférieure à 0,01

TABLEAU V

Première série d'essais (Arabica)

Produit étudié	Benzo 3,4 pyrène présent en μg pour 100 g de produit tel quel
Café Arabica (Nelle-Calédonie) vert	Absence ou quantité inférieure à 0,01
Café Arabica (Nelle-Calédonie) Torréfaction claire	Absence ou quantité inférieure à 0,01
Café Arabica (Nelle-Calédonie) Première torréfaction foncée	0,12
Deuxième torréfaction foncée	Absence ou quantité inférieure à 0,01
Café Arabica (Nelle-Calédonie) Torréfaction carbonisée..	Absence ou quantité inférieure à 0,01

TABLEAU VI

Deuxième série d'essais (Robusta)

Produit étudié	Benzo 3,4 pyrène présent en μg pour 100 g de produit tel quel
Café Robusta (Nelle-Calédonie) vert	Absence ou quantité inférieure à 0,01
Café Robusta (Nelle-Calédonie) Torréfaction commençante	Absence ou quantité inférieure à 0,01
Café Robusta (Nelle-Calédonie) Torréfaction très claire...	Absence ou quantité inférieure à 0,01
Café Robusta (Nelle-Calédonie) Torréfaction moyenne ...	Absence ou quantité inférieure à 0,01
Café Robusta (Nelle-Calédonie) Torréfaction foncée.....	Absence ou quantité inférieure à 0,01
Café Robusta (Nelle-Calédonie) Torréfaction carbonisée..	Absence ou quantité inférieure à 0,01

TABLEAU VII

Essais sur endosperme et suies

Produit étudié	Benzo 3,4 pyrène présent en μg pour 100 g de produit tel quel
Endosperme de café Robusta (Nelle-Calédonie) torréfié	15
Suies industrielles (première série d'essai).....	26
Suies industrielles (deuxième série d'essai)....	28

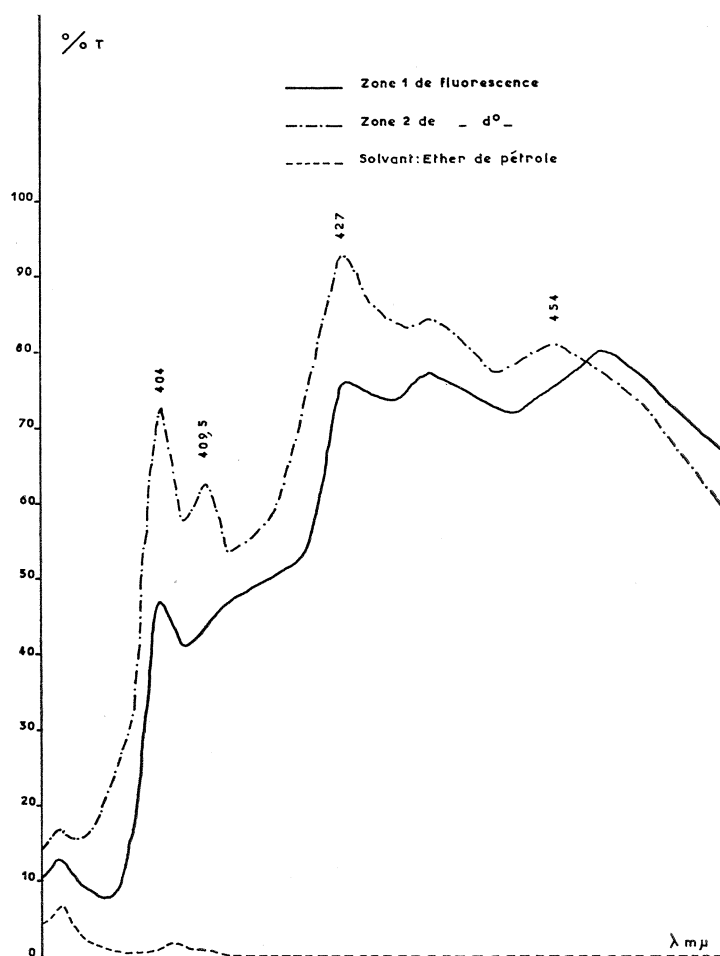


Fig. 4 : Présence de Benzo 3,4 pyrène dans des suies de torréfaction industrielle.

fluorescence des diverses dilutions pour les raies 404 et 427 $m\mu$ à celles des surcharges. Ceci permet de comparer la solution à doser à une solution témoin renfermant sensiblement les mêmes impuretés.

Nous avons ainsi dosé :

0,12 μg de Benzo 3,4 pyrène dans 100 g de café Arabica de torréfaction foncée 1, tel quel.

Devant ce résultat, nous avons essayé de refaire une torréfaction foncée semblable avec le même café de base et sur cette torréfaction foncée 2 nous avons recherché le Benzo 3,4 pyrène comme précédemment. Celui-ci n'a pas été décelé. Pour une fraction chromatographique présentant une fluorescence bleue, nous avons obtenu un spectre avec deux maxima 417,7 et 443,8 $m\mu$, dénotant un début de polycyclisation.

Les spectres de deux fractions chromatographiques, de fluorescence bleue et violette obtenus à partir des extraits d'endosperme (pellicules) de café Robusta torréfié ont présenté les bandes caractéristiques du spectre

de fluorescence du Benzo 3,4 pyrène (fig. 3). Nous avons dosé celui-ci en comparant l'intensité de la bande 427 m μ à celles de solutions témoins et en mesurant la hauteur des pics à partir des lignes de base de COOPER².

Nous avons dosé :

15 μ g de Benzo 3,4 pyrène pour 100 g d'endosperme de Robusta torréfié.

Les spectres de fluorescence des extraits de suies de torréfaction industrielle ont montré également les bandes caractéristiques du Benzo 3,4 pyrène.

Dans la première série d'essais, nous avons procédé au dosage par la méthode des surcharges et nous avons dosé :

26 μ g de Benzo 3,4 pyrène pour 100 g de suies.

Dans la deuxième série (voir fig. 4) sur le même échantillon, nous avons dosé par comparaison à des solutions témoins :

28 μ g de Benzo 3,4 pyrène pour 100 g de suies.

Tous les résultats sont consignés dans les tableaux IV, V, VI, VII.

5. CONCLUSIONS

D'après ces résultats, **il ne semble pas qu'une torréfaction effectuée dans des conditions normales, c'est-à-dire à température relativement basse (= 250 °C) sous une ventilation uniformisant bien la température à l'intérieur du tambour de torréfaction, puisse entraîner la formation de quantités tant soit peu nocives de Benzo 3,4 pyrène dans le café destiné à la consommation.**

En effet, les essais relatés ont fourni des résultats négatifs avec une méthode extrêmement sensible, et le seul résultat positif que nous ayons observé (tableau V) cor-

respondrait à 0,012 μ g de benzopyrène pour 10 g de café torréfié, c'est-à-dire qu'en absorbant une tasse de boisson supposée contenir cette dose, la quantité absorbée serait de l'ordre de celle que l'on rencontre dans 1 m³ d'atmosphère urbaine, atmosphère dont nous absorbons chaque jour plusieurs dizaines de m³.

En revanche, les quantités de Benzo 3,4 pyrène dosées dans des pellicules de café torréfié et dans des suies de torréfaction industrielle montrent qu'il convient d'éliminer celles-ci du café torréfié et d'envisager avec prudence leur utilisation ultérieure.

BIBLIOGRAPHIE

1. WALLER R. E. *Brit. J. Cancer*, 6 : 8-21, 1952.
2. COOPER R. L. *The Analyst*, 79 : 573-579, 1954.
3. KOTIN P., FALK H. L., MADER P., THOMAS M. *A. M. A. Arch. Indust. Hyg.*, 9 : 153-163, 1954.
4. KURATSUNE M. *J. of the Nat. Cancer Inst.*, 16, 6 : 1485-1496, juin 1956.
5. LATARJET R., CUSIN J. L., HUBERT-HABART M., MUEL B., ROYER. *Bull. du Cancer*, 43, 2 : 180-198, 1956.
6. BAILEY E. J., DUNGAL N. *Brit. J. Cancer*, 12 : 348-350, 1958.
7. GORELOVAN D., DEEKOON P. P. *Excerpta Medica*, 16, 7 : 125-126, 1959.
8. CAHNMANN H. J. et KURATSUNE M. *Anal. Chem.*, 29 : 1312-1317, 1957.
9. LALOU G., MALLET L., HEROS M. *C. R. Acad. Sciences*, 255 : 145, 1962.
10. DAVIES W., WILMSHURST J. R. *Brit. J. Cancer*, 14, 2 : 295-299, 1960.
11. KURATSUNE M., HUEPER W. C. *J. of the Nat. Cancer Inst.*, 20, 1 : 37-51, 1958.
12. — id. 24, 463-469, 1960.
13. HUEPER W. C., PAYNE W. W. *A. M. A. Arch. of Pathology*, 69 : 716-727, 1960.
14. ROFFO A. M. *Bol. Inst. de med. exper. para el estud. y trat. d. cancer*, 15 : 741-762, 1938.
15. — id. *Deutsche med. Wchnschz.*, 65 : 1382-1384, 1939.
16. — id. *Bol. Inst. de med. exper. para el estud. y trat. d. cancer*, 20 : 425-470, 1943.
17. WIDMARK E. M. P. *Nature* (London), 143 : 984, 1939.
18. EICHLER O., VOLLMER H. *Klin. Wchnschz.*, 26 : 634, 1948.
19. KLING A., HEROS M. *C. R. Acad. Sciences*, 206 : 1268, 1938.
20. — id. 208 : 2075, 1939.
21. STAHL (Journées internationales d'Etudes des méthodes de séparation immédiate et de chromatographie 13, 14, 15 juin 1961, Paris).
22. HEROS M. (en cours de publication).
23. MUEL B. Thèse de doctorat.
24. KLING A., HEROS M. *C. R. Acad. Sciences*, 212 : 348, 1941.

DISCUSSION

M. NAVELLIER : Ce travail est le résultat des premières recherches réalisées dans les laboratoires de l'IFCC.

Cet exposé est une réponse indirecte à M. SPENCER qui, dans son allocution, faisait allusion au Benzo 3,4 pyrène. C'est aussi une réponse au journal belge alarmiste qui, il y a trois ans, soulevait la question.

Dans les essais relatés, la torréfaction n'a pas provoqué la formation de produits cancérigènes dans le café et cette éventualité nous paraît improbable, mais la vente pour des usages alimentaires des suies de torréfaction est-elle sans danger ? Le laboratoire de l'IFCC pourrait, à la demande des intéressés, faire des études sur ces suies.

M. SIMON : Il serait intéressant de rechercher le Benzo 3,4 pyrène dans des cafés torréfiés industriellement ; le facteur temps de torréfaction joue certainement un rôle important.

M. PERCHERON : L'importance de la ventilation au cours de la torréfaction a-t-elle été examinée ? Une ventilation insuffisante pourrait empêcher l'élimination de divers produits de pyrogénéation. Il faudrait faire des études comparées en fonction de la ventilation.

M. SIMON : Il existe en effet certaines techniques industrielles, qui, en fin de torréfaction, diminuent le tirage. Le Benzo 3,4 pyrène a-t-il tendance à se former à ce stade ? C'est une question importante qui intéresse directement les professionnels.

M. HEESTERMAN demande qu'on lui précise le sens du mot « suie ».

CHASSEVENT (F.), HÉROS (M.). — **Recherche du Benzo 3,4 pyrène dans le café vert et torréfié et dans les sous-produits de torréfaction.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 349-358, fig., réf.

Le Benzo 3,4 pyrène a été recherché dans des cafés Robusta et Arabica verts et de degrés de torréfaction différents, ainsi que dans les pellicules et dans des suies de torréfaction. Les extraits obtenus par l'éther de pétrole à partir des divers échantillons ont été fractionnés par chromatographie sur alumine. Les spectres de fluorescence des différentes fractions ont été examinés par spectrophotométrie.

Le Benzo 3,4 pyrène n'a pas été décelé dans les cafés Robusta et Arabica verts ou torréfiés étudiés, à l'exception d'un seul de ces derniers qui en contient de faibles traces. En revanche, les auteurs ont dosé 0,015 mg de Benzo 3,4 pyrène pour 100 g de pellicules séparées du café torréfié et 0,028 mg pour 100 g de suies.

Il ne semble donc pas qu'une torréfaction effectuée dans des conditions normales entraîne la formation de Benzo 3,4 pyrène dans le café destiné à la consommation. Il convient cependant d'éliminer les pellicules et les suies et d'envisager avec prudence leur utilisation ultérieure.

CHASSEVENT (F.), HÉROS (M.). — **Determination of 3,4 Benzopyren in raw and roasted coffee and in roasting by-products.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 349-358, fig., réf.

The 3,4 Benzopyren was tested in Robusta and Arabica coffees, green and roasted to different degrees, as well as in the skins and in the roasting soots. The extracts obtained with petroleum ether, from the various samples were fractionated by alumine column chromatography. The fluorescence spectra of the different fractions were studied by spectrophotometry.

CHASSEVENT (F.), HÉROS (M.). — **Untersuchung des 3,4 Benzopyrens im rohen und gerösteten Kaffee und in den Röstnebenprodukten.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 349-358, fig., réf.

Das 3,4 Benzopyren wurde in rohen und in mehr oder weniger gerösteten Robusta und Arabica Kaffeesorten sowie in den Häutchen und im Kaffeeruss untersucht. Die durch Petroläther erhaltenen Extrakte von verschiedenen Proben sind durch Säulenchromatographie verteilt worden. Die Fluoreszenzspektren der verschiedenen Fraktionen sind spektrophotometrisch geprüft worden.

CHASSEVENT (F.), HÉROS (M.). — **Investigación del Benzo 3,4 pireneno en el café verde, el café tostado y los subproductos de la tostadura.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 349-358, fig., réf.

Se ha investigado el Benzo 3,4 pireneno en los cafés Robusta y Arabica verdes y sometidos a varios grados de tostadura, así como en las películas y el hollín de la tostadura. Los extractos obtenidos con éter de petróleo a partir de varias muestras se fraccionaron por cromatografía sobre alumina. Los espectros de fluorescencia de las fracciones se examinaron por espectrofotometría.

The 3,4 Benzopyren was not found in the tested raw and roasted Robusta and Arabica coffees, except in one of the latter which contains some traces of 3,4 Benzopyren. On the other hand, the authors have found 0,015 mg of 3,4 Benzopyren for 100 g of skins removed from roasted coffee and 0,028 mg for 100 g of soots.

Therefore it does not seem that normal roasting is conducive to the formation of 3,4 Benzopyren in commercial coffee. However, it is necessary to remove skins and soots and to consider their further use with care.

Das 3,4 Benzopyren ist in den rohen oder gerösteten untersuchten Robusta und Arabica Kaffeesorten mit der Ausnahme eines einzigen Röstkaffees, der leichte Spuren davon enthält, nicht entdeckt worden. Dagegen haben die Verfasser 0,015 mg 3,4 Benzopyren in 100 g Röstkaffeehäutchen und 0,028 mg in 100 g Kaffeeruss bestimmt.

Bei einer unter normalen Umständen durchgeführten Röstung bildet sich anscheinend kein 3,4 Benzopyren im gebrauchsfertigen Kaffee. Es ist jedoch ratsam, die Häutchen und den Kaffeeruss wegzuschaffen und sie bei ihrer weiteren Verwendung vorsichtig zu behandeln.

No se ha detectado Benzo 3,4 pireno en los cafés Robusta y Arabica verdes o tostados, a excepción de algunos rastros en un café Arabica tostado. Pero los autores han hallado 0,015 mg de Benzo 3,4 pireno en 100 g de películas separadas del café tostado y 0,028 mg en 100 g de hollín.

Parece, pues, que una tostadura efectuada en condiciones normales no provoca la formación de Benzo 3,4 pireno en el café destinado al consumo. Sin embargo es preciso eliminar las películas y el hollín y examinar con prudencia la posibilidad de su utilización ulterior.



SYNTHÈSE DE LA NIACINE AU COURS DE LA TORRÉFACTION DU CAFÉ ET SON EFFICACITÉ BIOLOGIQUE

J. ADRIAN

Centre de Recherches sur la Nutrition
du C. N. R. S., Bellevue, S. & O.

La torréfaction du café constitue un procédé technologique très brutal, puisque la température dépasse 200 °C, et qui diffère à de nombreux points de vue des autres traitements thermiques appliqués à des denrées alimentaires.

Dans la majorité des cas, les températures élevées sont préjudiciables à la valeur nutritionnelle des aliments, soit en diminuant leur qualité protidique, soit en détruisant partiellement leurs vitamines.

A notre connaissance, en aucun cas, un grillage comparable à la torréfaction du café n'apporte de bénéfice sur le plan nutritionnel. Aussi l'enrichissement massif

du grain de café en niacine (*) au cours de son grillage constitue-t-il une exception tout à fait remarquable.

C'est la raison qui justifie cet exposé consacré à la synthèse de la niacine dans le café et à son utilisation biologique. La première partie traitera de l'aspect chimique du problème et des conditions qui déterminent l'intensité de la synthèse au cours de la torréfaction ; la portée et la signification biologique de la niacine ainsi synthétisée seront examinées dans une seconde partie, dans laquelle nous tirerons les conséquences nutritionnelles pratiques de la consommation de café dans l'alimentation humaine.

I. ASPECT CHIMIQUE

Synthèse de la niacine au cours de la torréfaction du café

La torréfaction entraîne certaines modifications dans la composition chimique du grain et les plus importantes quantitativement sont la perte de masse et l'augmentation des substances extractibles à l'éther.

Les variations de ces dernières ont été notamment observées par l'équipe de BRESSANI (5, 7) qui a mis en évidence un parallélisme entre l'accroissement du taux de ces substances et l'augmentation de la teneur en vitamine PP.

Cette relation apparaît très nettement dans un travail de ces auteurs (5) qui analysent 32 variétés de café avant et après torréfaction. L'évolution du taux des matières qui nous intéressent est la suivante :

	Café vert	Café grillé
Extrait éthéré (en p. 100).....	8,9	15,7
Niacine (en mg p. 100).....	1,26	22,34

Ces mêmes auteurs (7) avaient montré antérieurement que ces faits se retrouvent aussi bien avec des cafés de qualité différente que pour des torréfactions d'intensité

variable (lorsque la température se situe entre 180° et 275 °C).

Cependant cette relation « extrait éthéré-niacine » ne saurait expliquer la synthèse de la vitamine pendant la torréfaction du café ; on ne connaît aucun lien de causalité entre l'évolution des deux phénomènes.

Il en est de même de l'observation faite par TEPLY et coll. (13) montrant qu'un autoclavage en milieu alcalin augmente le taux de niacine du café, notamment si la graine se trouve à l'état vert :

Autoclavage de 1 h en milieu :	Teneur du café en niacine (mg p. 100)	
	Café vert	Café grillé
Aqueux	1,3	9,2
NaOH N	6,6	10,2
NaOH 5N	9,5	17,2

(*) La niacine, ou acide nicotinique, ou vitamine PP est un membre du complexe vitaminique B. Sa déficience dans la ration alimentaire de l'Homme entraîne l'apparition de la pellagre, maladie caractéristique des régions où le maïs constitue la base de l'alimentation.

Selon ces auteurs, il existe dans le café, principalement lorsque ce dernier n'est pas torréfié, des précurseurs qui peuvent présenter une activité vitaminique PP après un traitement en milieu alcalin. Bien que le fait soit indéniable, il ne saurait constituer pour nous une explication de l'augmentation massive de la niacine au cours de la torréfaction. D'une part, ces formes « inactives » de la vitamine PP ne sont pas une caractéristique de la graine de café, mais au contraire se retrouvent dans de très nombreux échantillons d'origine végétale (céréales, légumineuses, etc...) qui voient leur teneur en niacine s'accroître après un traitement alcalin (*in* ADRIAN, 2). Or, dans le cas de ces végétaux, un simple chauffage ou même un grillage n'a jamais amélioré le potentiel en niacine : pour obtenir un tel résultat, il est indispensable de se placer en milieu franchement alcalin. D'autre part, les augmentations enregistrées après un tel traitement demeurent toujours extrêmement faibles par rapport aux variations observées au cours de la torréfaction du café.

Enfin, et c'est là une raison péremptoire, HUGUES et SMITH (12) ont analysé parfaitement le mécanisme de la synthèse de la niacine au cours de la torréfaction, et leur démonstration ne semble pas devoir faire appel à l'observation de TEPLY et coll. Le travail de HUGUES et SMITH est basé sur le fait qu'après la torréfaction (à des températures de l'ordre de 200°) une partie considérable de la trigonelline contenue dans le café vert a disparu : on n'en retrouve que 15 p. 100 après un traitement de 30 mn à 200° ou de 15 mn à 230°.

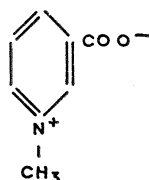
Or, sur le plan chimique, la trigonelline s'apparente de très près à la niacine, étant donné qu'elle en est la N-bétaïne. Dit en d'autres termes, pour que la conversion ait lieu, il suffit que la torréfaction du café réalise une coupure du groupement méthyle de la trigonelline.

Les formules de la pyridine, de la trigonelline et de la niacine sont données en bas de page.

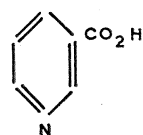
HUGUES et SMITH ont apporté la preuve expérimentale que cette opération était possible dans les conditions voisines de celles où a lieu le grillage du café en portant à des températures variées de la trigonelline pure introduite dans des tubes scellés. Après chauffage les auteurs ont décelé d'une part une forte odeur de pyridine et d'autre part ils ont dosé des quantités non négligeables de vitamine PP.



Pyridine



Trigonelline



Acide nicotinique
(niacine)

TABLEAU I

Evolution de la trigonelline pure chauffée dans des conditions voisines de la torréfaction

Modalités de chauffage	En p. 100 de la trigonelline mise en jeu	
	Trigonelline restant	Niacine formée
10 mn à 130°	92,0	0,2
30 mn à 130°	93,0	0,3
60 mn à 130°	31,0	1,85
chauffage à 160°	30,5	4,8
— 190°	25,5	5,4
— 218°	7,4	4,1

Leurs résultats expérimentaux sont rassemblés dans le tableau I et font apparaître l'influence relative de la durée et de l'intensité du traitement thermique.

En ce qui concerne la trigonelline, on enregistre une perte semblable après 1 h de chauffage à 130° ou lorsque la température atteint un instant 160°. C'est dire qu'un chauffage modéré et suffisamment long provoque le même effet qu'une application de chaleur intense mais de courte durée.

La synthèse de la niacine n'apparaît pas entièrement proportionnelle à la destruction de la trigonelline. C'est ainsi que les deux traitements qui aboutissent à une perte de trigonelline de 70 p. 100 (1 h à 130° ou une « pointe » à 160°) provoquent des taux de synthèse de niacine très différents.

La formation de la vitamine PP semble beaucoup plus sous la dépendance de l'intensité de la température que de la durée du chauffage : d'après HUGUES et SMITH, il faudrait que la température atteigne 160° pour que la synthèse vitaminique devienne importante.

Par ailleurs, une température trop élevée (218°) semblerait réduire le taux de vitamine formée. C'est un point que nous avons confirmé (3), mais qu'il était intéressant de souligner dans cet essai faisant appel à la trigonelline pure.

En résumé, selon les résultats de HUGUES et SMITH, si la niacine est synthétisable à partir de la trigonelline,

l'opération exige des conditions de températures bien précises qui se situent dans une zone allant environ de 150° à 200°. En deçà et au-delà, la synthèse vitaminique est pratiquement nulle.

Il faut signaler, du reste, que le rendement de la transformation demeure toujours très faible — même dans les meilleures conditions — puisqu'il ne dépasse jamais 5,4 p. 100 avec de la trigonelline pure.

La corrélation entre la disparition de la trigonelline et la synthèse de la vitamine PP au cours de la torréfaction a été confirmée par ADAMO (1) en étudiant l'évolution de ces deux constituants dans des cafés à l'état vert ou torréfié et provenant d'origines diverses. Cet auteur a donc pleinement confirmé, en utilisant le grain entier de café, les conclusions de HUGUES et SMITH s'appliquant à la trigonelline isolée.

TABLEAU II

Evolution des teneurs de trigonelline et de niacine au cours de la torréfaction de différents cafés

Type de café	Trigonelline (en p. 100)		Niacine	
	Café vert	Café grillé	Café vert	Café grillé
Santos	1,21	0,25	< 0,001	0,050
Porto-Rico	1,25	0,33	< 0,001	0,045
Moka.....	1,19	0,33	< 0,001	0,043
Hag		0,18		0,032

Nous donnons dans le tableau II les analyses d'ADAMO, car les teneurs en niacine qu'il rapporte pour les cafés grillés sont les plus élevées que nous ayons rencontrées. Indirectement, elles font ressortir que la plupart des torréfactions commerciales demeurent en dessous de la zone où la synthèse de niacine est maximum et, d'après ces données, la torréfaction de type « italien » tendrait à s'en approcher.

La synthèse de la niacine a donc effectivement lieu au cours de la torréfaction du grain de café entier et nous l'attribuons sans contestation à la « déméthylation » de la trigonelline, en nous basant sur le travail de HUGUES et SMITH (12).

En utilisant de la trigonelline pure, ces auteurs avaient mis en évidence le rôle très particulier de la température dans cette synthèse ; il en est de même en ce qui concerne la torréfaction du grain entier ainsi qu'il ressort de l'étude que nous avons entreprise avec un échantillon de *C. arabica* et un de *C. robusta*. Nous avons soumis ces deux produits à des torréfactions expérimentales progressives de manière à mettre en lumière la cinétique de la synthèse vitaminique.

Ceci nous a permis de constater que le taux de niacine commence à augmenter dès les premières phases de la

torréfaction (perte de masse inférieure à 5 p. 100), puis passe par un maximum correspondant à une torréfaction provoquant une perte de masse de 10 à 20 p.100. Si le grillage se poursuit au-delà de cette intensité, la teneur en niacine décroît alors rapidement, comme il apparaît dans le graphique n° 1 page suivante (ADRIAN et NAVELLIER, 3). Cette chute de la teneur vitaminique lors des grillages particulièrement intenses doit s'expliquer par le fait que la niacine — bien que réputée thermostable — ne saurait résister sans dommage à des températures qui provoquent une carbonisation partielle du grain de café.

Ces résultats de laboratoire sont recoupés par de nombreuses observations concernant les taux de niacine dans les cafés torréfiés. TEPLY et PRIER (14), par exemple, ont mis en lumière la richesse du café en niacine selon l'intensité de la torréfaction :

Teneur en niacine (en mg p. 100)

Café vert	2,2
Grillage « américain »	13,0
Grillage « français »	24,9
Grillage « italien »	41,6

Ainsi, les produits peu grillés, de type américain, contiennent déjà 6 fois plus de vitamine que le grain à l'état vert ; mais ils en renferment encore 3 fois moins que les cafés fortement grillés, tels que ceux réclamés par les consommateurs italiens, par exemple.

De toutes façons, la torréfaction augmente considérablement la richesse du café en niacine. Ce fait est confirmé par plusieurs travaux effectués dans des conditions voisines de la torréfaction de type commercial. Selon l'intensité du traitement le café torréfié renferme de 13 à 25 fois plus de vitamine que le café vert correspondant, et, en moyenne, la torréfaction multiplie par 18 le taux de niacine du café (tableau III).

TABLEAU III

Comparaison de la teneur en niacine des cafés avant et après torréfaction

Auteurs	Café vert (mg/100)	Café grillé (mg/100)	Taux d'augmentation de la niacine après torréfaction
BRESSANI et coll. (6) ..	1,2	20,4	17
DAUM (10)	1,8	30,7	17
CRAVIOTO et coll. (9) ..	1,3	32,0	25
TEPLY et coll. (14)	2,2	43,6	20
BRESSANI et coll. (5) ..	1,25	22,3	18
HUGUES et coll. (12) ..	3,0	17,0	13
ADRIAN et coll. (3) ...	2,1	39,7	19

On constate, par ailleurs, dans les cafés grillés comme dans les cafés verts, qu'il existe une variabilité dans les teneurs en niacine : les premiers renferment de 17 à 44 mg de vitamine et les seconds de 1,2 à 3,0 mg.

Cependant, il n'apparaît aucune relation entre la teneur initiale de la graine crue et le niveau vitaminique atteint après torréfaction. Cette affirmation ressort non seulement des valeurs rassemblées dans le tableau III, mais encore d'autres observations. C'est ainsi que dans des torréfactions expérimentales nous avons utilisé un *C. arabica* dont les graines à l'état vert renfermaient 1,6 mg de niacine p. 100 et un *C. robusta* qui en contenait 2,7 mg. Or, avec ces deux échantillons, les teneurs enregistrées après torréfaction (« torréfaction brune ») étaient respectivement de 38,2 et 40,3 mg p. 100, soit des taux identiques, compte tenu des différences existant au départ.

Pour BRESSANI et coll. (5), si le taux de niacine dans le café vert est imputable à des facteurs génétiques, ces auteurs constatent également qu'il n'y a pas de relation entre la teneur dans la graine crue et la richesse du produit torréfié.

D'après tout ce qui vient d'être dit, il est, en effet, normal que les différences botaniques n'interviennent pas dans le taux vitaminique du café torréfié.

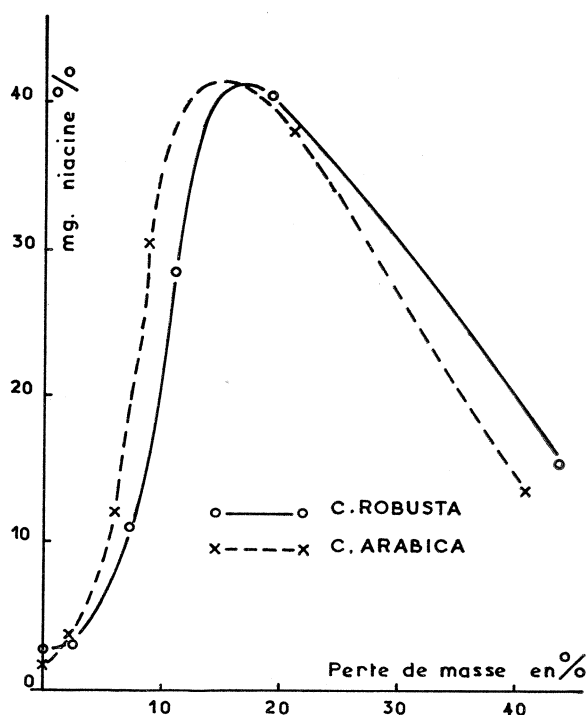
Cependant, tout récemment, CARVALHO (8) a soutenu que par sélection il était possible d'isoler des lignées susceptibles de fournir des teneurs vitaminiques plus élevées après torréfaction.

C'est un point intéressant et à ce sujet nous voudrions attirer l'attention sur les difficultés de mesurer la teneur vitaminique maximum d'un café. En effet, si on se rapporte au graphique n° 1 concernant précisément la cinétique de la synthèse de la niacine, il apparaît que le sommet des courbes est très étroit et par conséquent qu'il est difficile de conduire une torréfaction qui aboutisse avec précision à la teneur maximum de la vitamine PP. D'autre part, toujours d'après ce graphique, la perte de masse ne constitue pas un indice valable pour déterminer la synthèse vitaminique maximum : en effet, il semble bien que le café Arabica et l'échantillon de Robusta ne donnent pas leur taux maximum pour une torréfaction entraînant une perte de masse identique.

Teneur en niacine des cafés du commerce

L'intensité de la torréfaction déterminant avant tout la teneur en niacine du café grillé, on doit s'attendre à de grandes variations dans le taux vitaminique des produits du commerce selon que les consommateurs réclament un café peu grillé ou, au contraire, « très noir ».

Actuellement, nous ne disposons pas d'un nombre suffisant d'analyses pour dresser une carte générale de



Graph. 1 : Influence de l'intensité de la torréfaction sur la teneur en niacine d'un échantillon de *C. arabica* et de *C. robusta* (variation apparente)

la teneur en niacine des cafés, mais les premiers documents qui ont été publiés font ressortir pleinement l'influence des habitudes alimentaires sur la richesse du café en vitamine PP.

Nous examinerons tout d'abord les teneurs des cafés entiers, non décaféinés, puis nous rapporterons les rares renseignements que nous possédons sur les produits plus élaborés : produits décaféinés et extraits solubles.

CAFÉS ENTIERS NON DÉCAFÉINÉS

Si l'on classe les pays selon la richesse en niacine de leurs cafés, et par ordre croissant, les U. S. A. viennent en première position avec les produits les moins riches : selon TEPLY et coll. (13), les cafés américains renfermeraient de 9 à 10 mg de vitamine PP p. 100.

Dans les autres pays, pour lesquels nous disposons de renseignements, les cafés renferment des quantités de niacine nettement plus élevées. C'est ainsi que l'analyse de 8 échantillons de cafés commerciaux prélevés dans la région parisienne a fourni des teneurs allant de 19,8 mg à 28,4 mg p. 100, avec une moyenne de 24,5 mg \pm 2,5, soit une richesse 2,5 fois plus grande que celle des cafés américains (ADRIAN et NAVEL-LIER, 4).

De son côté, DAUM (10) a trouvé au Vénézuéla dans 15 échantillons de café une teneur moyenne de 33,9 mg \pm 2,7 et nous rappelons les chiffres très élevés rapportés pour l'Italie par ADAMO (1) : de 32 à 50 mg p. 100 avec 3 échantillons sur 4 qui renferment plus de 40 mg de vitamine PP p. 100.

Il ne nous paraît donc pas possible d'attribuer au café grillé une valeur fixe en niacine. L'intensité de la torréfaction modifie trop profondément le taux de la synthèse vitaminique. Il semble seulement possible de fixer les valeurs extrêmes : dans le cas de torréfactions très légères, on peut adopter le chiffre de 10 mg p. 100 comme un minimum ; dans les produits très grillés, une teneur de 40 mg p. 100 n'est pas exceptionnelle.

En bref, selon les torréfactions, on peut considérer que les teneurs des produits commerciaux peuvent varier dans un rapport de 1 à 4, sinon même de 1 à 5.

CAFÉS DÉCAFÉINÉS

Peu de recherches ont traité aux cafés décaféinés, mais cependant les quelques résultats les concernant méritent d'être rapportés. Aux U. S. A., TEPHY et coll. (13) constatent qu'un échantillon de produit décaféiné ne renferme que la moitié de la niacine des cafés « entiers » (4,5 mg au lieu de 10 mg p. 100).

De notre côté, nous avons analysé 8 échantillons de produits décaféinés du commerce et nos résultats recourent sensiblement ceux de TEPHY, en ce sens que les cafés décaféinés renferment en moyenne 35 p. 100 de moins de niacine que des produits « entiers ».

Voici l'essentiel de nos résultats :

	Cafés entiers	Cafés décaféinés
Nombre d'échantillons	8	8
Teneur moyenne (mg %)	24,0 \pm 2,5	16,8 \pm 6,0
Teneur maximum (mg %)	28,4	26,4
Teneur minimum (mg %)	19,8	6,6

Ces remarques laissent supposer que les procédés de décaféination tendent à diminuer la richesse des cafés en niacine par suite d'une élimination partielle de la trigonelline. On peut remarquer de plus que les teneurs sont beaucoup plus dispersées dans les produits décaféinés que dans les échantillons « entiers ».

EXTRAITS SOLUBLES

Dans les extraits solubles de café, la teneur en vitamine PP correspond-elle à la totalité de la niacine contenue dans le café de départ ? C'est une question à laquelle il n'est pas possible de répondre à l'heure actuelle, aucune étude systématique n'ayant été effectuée jusqu'à présent.

Nous ne pouvons rapporter qu'un essai préliminaire concernant l'analyse de 2 extraits solubles de café entier non décaféiné et de 2 extraits de produit préalablement décaféiné (ADRIAN et NAVELLIER, 4).

Ces produits renfermaient les quantités suivantes de vitamine PP : 31,5 et 55,5 mg pour 100 et 52,8 et 64,5 mg p. 100 respectivement. De tels résultats permettent seulement de constater qu'au moins une grande proportion de la niacine du café se retrouve dans les extraits solubles.

II. ASPECT NUTRITIONNEL

En comparant les teneurs en niacine du café avec celles des principaux aliments, il est possible de situer l'intérêt nutritionnel de ce produit comme source possible de vitamine PP. Le café se classe parmi les meilleures sources de niacine (tableau IV). Seule la levure sèche lui est nettement supérieure, tandis que beaucoup d'aliments renferment des quantités infiniment moindres de vitamine PP.

Néanmoins, le café représente un cas particulier étant donné qu'il n'est pas consommé nature et que seule la boisson correspondant à une extraction à l'eau bouillante entre dans l'alimentation de l'Homme.

Ceci revient à dire que l'intérêt vitaminique du café ne sera réel que dans la mesure où la niacine qu'il renferme pourra être extraite à l'eau bouillante.

TABLEAU IV

Teneurs des principaux aliments en niacine

	En mg p. 100	
Café : grain torréfié	10	à 40
Levure : sèche	50	à 62
Céréales : grain	1	à 7
: son	25	à 140
Arachide : tourteau		25
Légumes : verts	0,2	à 1
: secs	3	à 7,5
Fruits : frais	0,1	à 0,9
: secs	2	à 8
Foie	5	à 24
Viande	3	à 8
Lait : poudre		1

Le tableau V fait état d'essais poursuivis par différents auteurs afin de déterminer la part de niacine du grain torréfié susceptible de « passer » dans la boisson. D'après les résultats acquis, on peut admettre que 85 p. 100 au moins de la vitamine est extractible à l'eau bouillante. Dans ces conditions, le café doit être considéré comme une source effective de vitamine PP.

TABLEAU V

Possibilité d'extraction de la niacine du café par l'eau bouillante

Auteurs	Pourcentage de niacine pouvant « passer » dans la boisson
CRAVIOTO et coll. (9).....	77 à 81
HUGUES et coll. (12).....	92 à 95
DAUM (10).....	81 à 95
BRESSANI et coll. (5).....	73 à 84
ADRIAN et coll. (4).....	87 à 97

Utilisation biologique de la niacine du café

Dans certains cas, bien qu'un aliment renferme une vitamine déterminée, celle-ci est mal utilisée par un organisme supérieur — Homme ou animal — par suite d'un manque d'efficacité digestive ou métabolique.

On s'est posé la question de savoir si la niacine décelée analytiquement dans le café après torréfaction correspondait effectivement à la vitamine biologiquement active et, dans ce but, différents auteurs ont étudié sur Homme ou sur animaux l'efficacité de la vitamine PP présente dans le café grillé.

Les premiers, TEPLY et coll. (13) ont abordé ce problème en allouant au rat 5 p. 100 de café grillé et moulu dans la ration. Dans ces conditions, les animaux ont manifesté certains troubles qui ont faussé l'expérience prévue. C'est pourquoi ces mêmes auteurs (14) ont repris la question en donnant cette fois un extrait de café aux animaux. TEPLY et coll. (14) n'ont alors observé aucune différence significative entre la teneur mesurée *in vitro* par les moyens analytiques classiques et la mesure de l'efficacité vitaminique déterminée à l'aide du rat.

C'est à une conclusion semblable qu'aboutissent BRESSANI et coll. (6) en comparant chez le poussin l'utilisation de la niacine extraite du café et celle de la vitamine chimiquement pure.

Enfin GOLDSMITH et coll. (11) ont mesuré l'efficacité de la vitamine PP chez trois hommes et deux femmes adultes. Les sujets recevaient, en plus d'une ration de base déficiente en niacine, quatre tasses de café qui contenaient chacune de 2,4 à 3,4 mg de vitamine, c'est-à-dire que le café apportait journalièrement de 9,6 à

13,4 mg de niacine. Dans ces conditions, en examinant l'excrétion urinaire des dérivés de la vitamine PP, les auteurs concluent que la vitamine apportée par le café est utilisable de la même manière que la vitamine pure.

En résumé, les trois expériences effectuées en faisant appel à des organismes supérieurs pour déterminer l'efficacité de la niacine du café sont tout à fait concordantes et concluent toutes à une pleine utilisation métabolique de la vitamine synthétisée au cours de la torréfaction.

Intérêt nutritionnel du café comme source de niacine

La niacine contenue dans le café « passant » dans la boisson et étant pleinement efficace pour l'Homme, dans quelle mesure l'usage de cette boisson couvrira-t-elle son besoin en vitamine PP ? Telle est la question qui reste à examiner, afin de pouvoir estimer les conséquences pratiques des faits que nous venons d'exposer.

En première approximation, on peut admettre qu'une tasse de café exige 10 g de produit torréfié qui peut contenir 10 mg p. 100 de niacine s'il s'agit d'un café de type « américain » ou, au contraire, 40 mg p. 100 dans le cas d'une torréfaction très poussée, de type « italien ». De plus, 85 p. 100 de la vitamine contenue dans le café se retrouveront dans la boisson.

En partant de telles suppositions, on voit qu'une tasse de café « américain » apporte environ 0,85 mg de niacine, tandis que le produit analogue de type « italien » fournira 3,8 mg de vitamine PP, ces deux valeurs pouvant être considérées comme extrêmes.

Dans la pratique, les résultats sont très voisins : en effet, aux U. S. A., TEPLY et coll. (13) ont observé que dans les lieux publics les tasses de café renfermaient en moyenne 1 mg de niacine, tandis que DAUM (10) notait qu'au Venezuela, où le grillage est plus intense, les tasses apportaient de 1,9 à 3,4 mg de vitamine PP (moyenne 2,6 mg).

Nous manquons de données chiffrées en ce qui concerne la richesse de la tasse de café « français », mais en se basant sur nos propres résultats (ADRIAN et NAVELLIER, 4) et en faisant les mêmes suppositions que précédemment il est possible d'avancer qu'en France la consommation d'une tasse de café apporte 2,1 mg de niacine. On peut ajouter qu'en dosant la vitamine extractible à l'eau au cours d'un autoclavage rapide nous aboutissons à la conclusion qu'une tasse faite avec 10 g de café apportait 2,2 mg de vitamine PP au consommateur.

En définitive, étant donné d'une part que la richesse du café est déterminée avant tout par le degré de torréfaction et d'autre part que le pourcentage de vitamine « passant » dans la boisson est apparemment constant, il en résulte que la consommation d'une tasse de café apportera à l'organisme des quantités variables de niacine : aux U. S. A., où la torréfaction est légère, une

tasse contient environ 1 mg de niacine et dans les contrées où le grillage est plus poussé cette boisson pourra fournir des quantités de vitamine PP nettement plus fortes : 2 mg, 3 mg et même peut-être davantage.

Si on admet que le besoin de l'Homme est de l'ordre de 15 mg par jour, il devient possible de calculer la part de ce besoin qui pourra être couverte par la consommation de café.

Ainsi, une tasse de café de type « américain » renfermant 1 mg de niacine ne couvrira que 7 p. 100 des besoins, c'est-à-dire que la consommation de 3 1/2 tasses apportera exactement 1/4 de la niacine nécessaire à l'Homme.

Par contre, dans les régions où le consommateur réclame un café plus « noir », l'intérêt vitaminique de cette boisson s'accroît : au Venezuela, par exemple, une tasse contenant en moyenne 2,6 mg de niacine couvrira 17 p. 100 du besoin et si on calcule toujours le contenu de 3 1/2 tasses on constate qu'ici cette quantité couvre avec précision les 2/3 des besoins.

En se plaçant dans des conditions expérimentales probablement assez rigoureuses au point de vue torréfaction du café et extraction de la niacine, GOLDSMITH et coll. (11) sont arrivés à faire « passer » dans 4 tasses de café une quantité de niacine telle, qu'elle couvre de 64 à 89 p. 100 des besoins de l'Homme.

De leur côté, BRESSANI et coll. (7) se sont livrés à des enquêtes sur la consommation du café en Amérique Centrale et ont conclu que dans de nombreuses régions du Guatemala, les habitants buvaient un peu plus de 3 tasses par jour en moyenne et que chacune renfer-

mait un peu plus de 1 mg de niacine. D'où un apport en niacine de 4 mg par jour assuré uniquement par la consommation de café.

Il est important de replacer cette donnée dans son contexte pour en comprendre toute l'importance nutritionnelle.

L'Amérique Centrale est une région qui souffre actuellement de sous-alimentation et ses populations consomment des quantités trop abondantes de maïs pour que leur ration soit équilibrée, d'où le risque d'apparition de pellagre. Or, d'après BRESSANI et coll., la consommation de café — aussi bien dans les régions urbaines que rurales — fournirait au moins 25 p. 100 des besoins en vitamine PP.

Dans un tel cas, il ne semble pas exagéré de soutenir que la consommation de café contribue largement à prévenir l'apparition des symptômes aigus de la pellagre.

On peut donc admettre comme conclusion que si dans les pays dits à civilisation industrielle la consommation de café représente avant tout un plaisir gustatif, dans des contrées moins favorisées, cette consommation peut contribuer à couvrir le besoin en vitamine PP et par conséquent présenter un réel intérêt d'ordre nutritionnel (*).

(*) Il n'est pas sans intérêt de mentionner ici le rôle vitaminique d'une autre boisson d'agrément, à savoir le thé, qui, d'après des études anglaises, constituait en Grande-Bretagne l'une des sources abondantes de riboflavine (vitamine B₂) lors de la dernière guerre.

BIBLIOGRAPHIE

1. ADAMO G. *Boll. soc. ital. biol. sper.*, 1955, **31**, 79.
2. ADRIAN J. Cahier technique du CNERNA, Paris, 1959, CNRS édit.
3. ADRIAN J. et NAVELLIER P. *Café, Cacao, Thé*, 1961, **5**, 263.
4. ADRIAN J. et NAVELLIER P. *Café, Cacao, Thé*, 1962, **6**, 224.
5. BRESSANI R., FIESTER D., NAVARRETE D. A. et SCRIMSHAW N. S. *Food. technol.*, 1961, **15**, 305.
6. BRESSANI R., GOMEZ-BREMES R. et CONDE R. *Arch. venezue. nutric.*, 1962, **12**, 93.
7. BRESSANI R. et NAVARRETE D. A. *Food res.*, 1959, **24**, 344.
8. CARVALHO A. *Nature*, 1962, **194**, 1096.
9. CRAVIOTO R. O., GUZMAN J. G. et SUAREZ M. L. S. *Cienca*, 1955, **15**, 24.
10. DAUM M. G. *Arch. venezue. nutric.*, 1959, **6**, 61.
11. GOLDSMITH G. A., MILLER O. N., UNGLAUB W. G. et KERCHEVAL K. *Proc. soc. exp. biol. Med.*, 1959, **102**, 579.
12. HUGUES E. B. et SMITH R. F. *J. Soc. chem. Ind.*, 1946, **65**, 284.
13. TEPLY L. J., HREHL W. A. et ELVEHJEM C. A. *Arch. Biochem.*, 1945, **6**, 139.
14. TEPLY L. J. et PRIER R. F. *J. agric. food. chem.*, 1957, **5**, 375.

On peut ajouter une note très récente de SMITH parue dans *Nature*, 1963, **197**, 1321.

DISCUSSION

Le Président, M. MÜLLER, ne pense pas que la vitamine PP est un facteur d'identification d'un café très intéressant.

ADRIAN (J.). — **Synthèse de la niacine au cours de la torréfaction du café et son efficacité biologique.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963, *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 359-367, fig., réf.

Différents travaux ont mis en évidence un taux exceptionnellement élevé de niacine (vitamine PP) dans les cafés torréfiés.

En fait, au fur et à mesure de la torréfaction, le taux de niacine augmente, passe par un maximum et peut ensuite décroître fortement si le chauffage est trop poussé (carbonisation partielle). Dans les cas les plus favorables, le grillage permet d'obtenir une teneur 20 fois supérieure à celle du café vert.

Il n'apparaît pas que l'intensité de la synthèse soit conditionnée par des caractères botaniques.

Par contre, cette synthèse est liée à une disparition massive de trigonelline pendant la torréfaction. Etant donné la parenté chimique entre ces deux substances, il est très vraisemblable que la vitamine prenne naissance aux dépens de la trigonelline.

On connaît mal le rôle de la décaféination et de la préparation des extraits solubles sur la richesse de ces produits en niacine.

La vitamine synthétisée pendant la torréfaction est totalement extractible à l'eau et on peut estimer qu'au moins 80 % se retrouvent dans la boisson.

De plus, cette vitamine présentant une efficacité biologique entièrement satisfaisante, il en découle que cette boisson constitue une source appréciable de niacine dans la ration de l'Homme. Ces faits peuvent présenter un intérêt tout particulier dans certaines régions, notamment celles où la consommation de maïs est importante.

ADRIAN (J.). — **The niacin synthetic process in coffee roasting and the biological efficiency of niacin.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 359-367, fig., réf.

Various investigations have served to bring out the exceptionally high level of niacin (vitamin PP) in roasted coffees.

Actually, as the roasting proceeds, the percentage of niacin increases, reaches a maximum point and may afterwards decrease considerably in the event of overheating (partial carbonization); under the most favourable conditions, roasting enables a percentage of niacin twenty times higher than that existing in raw coffee to be obtained.

The intensity of the synthetic process seems to be uninfluenced by botanical factors.

This synthesis is however bound up with a large decrease of trigonelline in the course of roasting. In view of the chemical relationship between these two substances, it is quite likely that the vitamin is formed at the expense of the trigonelline.

Little is known of the impact of decaffeinating and the formation of solu-

ADRIAN (J.). — **Aufbau des Niacins beim Kaffeerösten und ihre biologische Wirkung.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 359-367, fig., réf.

Mehrere Arbeiten haben einen ausserordentlich hohen Niacingehalt (P. P. Vitamin) im gerösteten Kaffee nachgewiesen.

In der Tat steigt der Niacingehalt mit dem Kaffeerösten und erreicht ein Maximum; er sinkt dann stark, wenn das Heizen zu intensiv wird (teilweise Verkohlungs). In den günstigsten Fällen ermöglicht das Rösten einen zwanzigmal höheren Gehalt zu erreichen, als denjenigen des grünen Kaffees.

Die Aufbauintensität ist anscheinend nicht durch die botanischen Merkmale bedingt.

Dagegen ist dieser Aufbau beim Rösten mit einem starken Trigonellinverschwinden verbunden. Da beide chemische Substanzen verwandt sind, ist es sehr wahrscheinlich, dass das Vitamin aus dem Trigonellin entsteht.

Man kennt nicht sehr gut die Wirkung der Entkoffeinierung und der Zubereitung von Kaffee-Extraktpulver auf

ADRIAN (J.). — **Síntesis de la niacina durante la tostadura del café y su eficacia biológica.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 359-367, fig., réf.

Varios trabajos revelaron la presencia de un contenido considerable de niacina (vitamina PP) en los cafés tostados.

Efectivamente a medida que progresa la tostadura, el contenido de niacina aumenta, alcanza un valor máximo y después puede disminuir mucho si el calentamiento es excesivo (carbonización parcial). En los casos más favorables, con la tostadura se obtiene un contenido de niacina veinte veces superior al del café verde.

La intensidad de la síntesis no parece depender de los caracteres botánicos.

Sin embargo se halla una relación entre esta síntesis y la desaparición masiva de trigonelina durante la tostadura. Dados los vínculos químicos que unen las dos substancias, muy probablemente la vitamina se forma a costa de trigonelina.

Se conoce poco el efecto de la deca-

ble extracts on the niacin content of these products.

The vitamin synthesized in the roasting process is entirely water extractable and it is feasible to assume that at least 80 % of the niacin in roasted coffee pass into the beverage itself.

Moreover, this vitamin is fully satisfying from the point of view of biological efficiency with the result that this beverage goes to make a valuable source of niacin for dietary requirements. These facts may hold out special interest in certain areas, especially those where maize-consumption is high.

den Niacingehalt dieser Erzeugnisse.

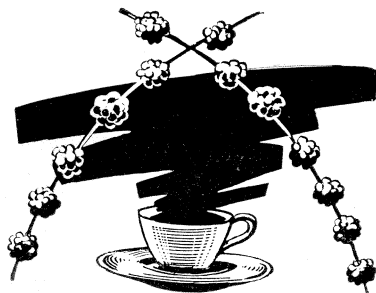
Das beim Rösten hergestellte Vitamin ist völlig mit Wasser extrahierbar und man schätzt, dass wenigstens 80 % sich im Getränk wiederfinden.

Da dieses Vitamin ausserdem eine vollkommen zufriedenstellende biologische Wirkung aufweist, stellt dieses Getränk folglich eine schätzenswerte Niacinquelle in der Menschenernährung dar. Diese Tatsachen können in gewissen Gegenden namentlich in denjenigen, wo der Maisverbrauch bedeutend ist, von ganz besonderen Interesse sein.

feinación y de la preparación de los extractos solubles sobre el contenido de niacina de dichos productos.

La vitamina sintetizada durante la tostadura se extrae totalmente con el agua y por lo menos un 80 % de dicha vitamina se halla en la bebida.

Además presenta una eficacia biológica absolutamente satisfactoria. Por eso la bebida constituye una fuente valiosa de niacina para el hombre. Estas características pueden revelarse sumamente interesantes en varias regiones, especialmente en las donde el consumo de maíz es muy importante.



AMÉLIORATION DE LA QUALITÉ DU CAFÉ ROBUSTA PAR DES TORRÉFACTIONS SPÉCIALES

O. F. KADEN

Forschungslabor für Kaffee, Kakao, Tee, Hamburg

Le café Robusta inconnu en Allemagne avant la guerre, n'est pas encore considéré chez nous comme un café, mais plutôt comme une sorte de succédané de café. On préfère les infusions du café Arabica d'un goût plus fin, dit acide. On n'aime pas le goût terreux du café Robusta. Lorsque le café Robusta est torréfié à une couleur aussi foncée que celle du café en France ou même de l'espresso ou du café turc, le goût terreux disparaît en faveur du goût fort de torréfaction. Une torréfaction à une couleur foncée est le moyen le plus simple pour améliorer le café Robusta. Mais en Allemagne on refuse également le goût fort de torréfaction. C'est la raison pour laquelle la consommation même du café « espresso » est de minime importance, bien que de nombreux cafés « espresso » aient été ouverts pour les ouvriers étrangers. Cependant, on peut observer que même les consommateurs étrangers préfèrent, après quelque temps, les infusions de café Arabica d'un degré de torréfaction plus faible.

A nous experts incombe donc la tâche difficile d'améliorer le goût du café Robusta afin d'assurer de meilleurs débouchés à la production africaine. Le fait que le café Robusta est moins cher que le café Arabica importe peu. Aucun ouvrier dans la République fédérale, désireux de faire plaisir à sa femme en fin de semaine, ne regarde à la dépense. Des mélanges de café bon marché s'écoulent relativement mal. En conséquence, un procédé d'amélioration des cafés verts tel que torréfiés ceux-ci donnent des infusions équivalentes au café Arabica, serait tout à fait justifié, sans mettre en considération les frais qui en résulteraient.

J'ai collaboré, il y a 30 ans, à la recherche d'une solution à ce problème, par des essais pratiques de sélection et de traitement ultérieur en Angola. Ainsi je suis un des auteurs du café dit Libolo, qui est considéré aujourd'hui comme un des meilleurs cafés Robusta. Cependant, comme le goût terreux ne peut jamais être éliminé entièrement de cette façon, j'étais déjà à cette époque-là convaincu que des torréfactions spéciales étaient, en outre, nécessaires pour atteindre le but recherché.



J'ai traité de ces torréfactions spéciales, ces dix dernières années, dans l'enseignement que je donne aux experts en cafés et aux torréfacteurs. On témoignait de l'intérêt pour ces questions non seulement en Allemagne mais également en Suisse, en Autriche, aux Pays-Bas et dans les pays scandinaves. Il est à remarquer que la couleur du café torréfié au Danemark, en Suède et en Finlande est encore plus claire que chez nous.

En faisant ces essais, j'ai constaté qu'une torréfaction à plus haute température n'est pas absolument nécessaire pour diminuer le goût terreux du café Robusta. On atteint ce but également par une torréfaction pro-

longée à plus basse température ; de cette façon, on évite de donner au café un goût trop fort de torréfaction. Au lieu de torréfier seulement pendant 8 à 10 minutes, comme on le fait généralement, on torréfie pendant 13 à 15 minutes à une température inférieure, afin d'obtenir des fèves de la même couleur. Bien que les pertes dues à la torréfaction soient d'un quart à un demi pour cent plus grandes, le goût terreux du café Robusta diminue de sorte qu'on peut mélanger les fèves par quantités déterminées aux mélanges de café Arabica sans nuire d'une façon sensible à leur goût.

La torréfaction prolongée équivaut à une torréfaction « à cœur ». On procède de la manière suivante :

Le café vert est mis dans le torréfacteur lorsque le pyromètre indique la température de 220 °C. Le gaz de chauffage et la ventilation sont d'abord coupés pendant 5 minutes. De cette façon, le café est chauffé, lentement, seulement par la chaleur qu'émet le tambour. La température du tambour qui s'élève en général à 250 °C est abaissée pendant ce procédé à 100 °C. Le café atteint à peu près la même température et on empêche un séchage trop rapide en supprimant l'aération. Le café est pour ainsi dire préalablement bouilli dans son propre jus, car à l'état vert et humide il est un meilleur conducteur de la température qu'à l'état torréfié. Le cœur des fèves doit être chauffé lors de ce traitement préalable à une température plus élevée que celle des procédés normaux, où l'on finit la torréfaction à plein feu pendant 8 à 10 minutes.

La température de gonflement des grains est abaissée de cette façon de 10° ; le procédé pyrogénique est donc plus lent que le procédé normal.

Le deuxième procédé de torréfaction particulièrement destiné à améliorer le café Robusta, et que je peux en outre recommander, est le procédé de torréfaction sous pression, breveté en Suisse et dans d'autres pays, trouvé par Willi BRANDL, Zurich. La torréfaction du café Robusta se fait dans des autoclaves sous une pression de plusieurs atmosphères, chauffés extérieurement au gaz ou au mazout. Le refroidissement du café se fait également dans cet autoclave par injection d'eau sous pression. La maison Elcador AG à Aarau a construit des torréfacteurs, dits Presca, utilisant ce procédé, qui sont commandés électroniquement.

Contrairement au procédé de torréfaction « à cœur » par traitement préalable, les pertes dues à la torréfaction sont plus faibles en ce qui concerne ce procédé de torréfaction sous pression qu'en ce qui concerne la torréfaction normale. Ce phénomène est évidemment dû au fait que le procédé pyrogène a lieu sous pression à la fin de la torréfaction. On torréfie toujours pendant 20 minutes, c'est pourquoi le goût terreux du café Robusta est enlevé dans sa plus grande partie.

J'ai constaté jusqu'à présent que le café traité par les deux procédés de torréfaction sus-mentionnés montre en général un taux d'oxydation plus élevé, et une teneur en hydrogène sulfuré et en mercaptan plus élevée que

Analyses totales du café robusta torréfié normalement, d'une façon prolongée et sous pression

Robusta de Côte d'Ivoire

	Torréfaction normale	Torréfaction « à cœur »
Pertes	16,5 %	16,9 %
Eau	2,1 %	2,0 %
Taux d'oxydation (1)	5,4	5,7
Mercaptan sous forme de sulfhydryl (— SH) (2) ...	0,3 mg/kg	0,4 mg/kg
Hydrogène sulfuré (3)	3,4 mg/kg	3,4 mg/kg
Sucre interverti	18,7 %	21,7 %
Acide chlorogénique (4) ..	6,0 %	5,8 %
Matières tannantes (5)	7,2 %	7,0 %
Caféine	2,2 %	2,2 %
Azote	2,0 %	2,0 %
Teneur en extrait	26,2 %	25,9 %
Substances solubles dans l'éther éthylique	6,7 %	7,2 %
Substances solubles dans l'éther de pétrole	6,7 %	8,6 %
Cendres	3,8 %	3,8 %

Robusta de l'Ouganda

	Torréfaction normale	Torréfaction sous pression
Pertes	16,3 %	13,8 %
Eau	1,6 %	2,9 %
Taux d'oxydation (1)	5,5	5,0
Acide chlorogénique (4) ..	5,1 %	5,7 %
Teneur en extrait	24,2 %	27,5 %

Robusta du Congo

	Torréfaction normale	Torréfaction sous pression
Pertes	16,6 %	14,3 %
Eau	2,2 %	4,0 %
Taux d'oxydation (1)	4,2	5,4
Mercaptan sous forme de sulfhydryl (— SH) (2)	0,3 mg/kg	0,9 mg/kg
Hydrogène sulfuré (3)	1,4 mg/kg	3,4 mg/kg
Sucre interverti	19,4 %	22,2 %
Acide chlorogénique (4)	5,6 %	5,7 %
Matières tannantes (5)	6,1 %	7,7 %
Caféine	1,5 %	1,5 %
Azote	2,8 %	2,8 %
Teneur en extrait	24,6 %	30,5 %
Substances solubles dans l'éther éthylique	7,3 %	8,7 %
Substances solubles dans l'éther de pétrole	7,1 %	8,3 %
Cendres	4,1 %	4,4 %

(Les pourcentages de substances sont à chaque fois calculés sur des substances sans eau).

- (1) Selon Wurziger.
- (2) Méthode personnelle.
- (3) Méthode personnelle.
- (4) Selon Höpfner/Plücker/Keilholz.
- (5) Selon la méthode internationale.

d'ordinaire. En outre, les teneurs en substances du café solubles dans l'éther éthylique et dans l'éther de pétrole sont plus élevées dans ces deux cas. Ceci résulte de l'aperçu page précédente de quelques analyses totales comparatives. La teneur en acide chlorogénique était, dans la plupart des cas, plus faible que la normale, tandis qu'elle était plus élevée en ce qui concerne le procédé de torréfaction sous pression. Il en était de même quant à la teneur en extrait. Au point de vue chimique, la torré-

faction « à cœur » et la torréfaction sous pression ne sont pas semblables, bien que toutes les deux améliorent le café.

On ne sait pas encore quelle substance chimique du café Robusta est à l'origine de son goût terreux. Cependant, le fait que les composés sulfureux de l'arôme jouent un rôle important laisse supposer que le goût terreux du café Robusta est en relation avec la teneur en protéines du café et de ses corps de décomposition.

DISCUSSION

M. WILBAUX : « le goût terreux de certains Robusta » serait une meilleure expression que « le goût terreux des Robusta ». Dans les examens que j'ai faits, 7 Robusta sur 10 n'avaient pas ce goût terreux. Bien des cafés ne l'ont pas, même dans les régions où ce goût est répandu.

M. KADEN : « de gustibus non est disputandum ».

KADEN (O. F.). — **Amélioration de la qualité du café Robusta par des torréfactions spéciales.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963, *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 368-371.

Rendre les boissons de café Robusta savoureuses aux buveurs de café dans les pays où l'on boit de préférence du café Arabica est un problème d'actualité, assez difficile toutefois. On n'est pas encore parvenu à le résoudre d'une façon irréprochable. Il s'agit pour cela de retirer au café Robusta son « goût terreux » qui n'est pas accepté par les buveurs d'Arabica.

Etant donné que dans les pays en question on pratique d'autre part une torréfaction relativement claire, on ne peut rien obtenir à cet égard par une torréfaction foncée comme dans les pays latins ou en Turquie. Cette sorte de torréfaction particulière, dont fait partie la torréfaction dite « espresso », est donc à écarter pour cette raison.

Par contre, la torréfaction « à cœur » par traitement préalable, introduite par l'Auteur depuis déjà dix ans, puis la torréfaction dite Presca, découverte ultérieurement en Suisse, ont acquis aujourd'hui une certaine importance pour l'amélioration du café Robusta.

Le mode d'action de ces procédés de torréfaction est décrit et comparé aux torréfactions normales correspondantes. Dans la mesure où ceci est déjà possible, il est également expliqué chimiquement.

KADEN (O. F.). — **Quality improvement of Robusta coffee by special roastings.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 368-371.

A topical and at the same arduous problem consists in making Robusta coffee beverages full-flavoured for coffee drinkers in countries where the Arabica variety is preferred. This snag has yet to be settled to the satisfaction of all. The solution lies in ridding Robusta coffee of an « earthy taste » unacceptable to Arabica drinkers.

KADEN (O. F.). — **Qualitätsverbesserung von Robustakaffee durch Spezialröstungen.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 368-371.

Die Aufgüsse von Robustakaffee den Kaffeetrinkern in Ländern schmackhaft zu machen, in denen vorzugsweise Arabikakaffee getrunken wird, ist eine aktuelle, jedoch ziemlich schwierige Aufgabe. Sie zu lösen ist noch nicht einwandfrei geglückt. Es handelt sich darum, dem Robustakaffee seinen erdigen Geschmack zu nehmen, der von den Arabica-Trinkern abgelehnt wird.

KADEN (O. F.). — **Mejora de la calidad del café Robusta con tostaduras especiales.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 368-371.

Volver sabrosas las bebidas de café Robusta en los países donde se consume preferentemente café Arabica es un problema bastante difícil que se plantea actualmente. Aún no se ha podido resolver perfectamente. Para eso es preciso quitarle el « gusto terroso » desagradable para los aficionados a Arabica.

Moreover, as a relatively light roast is made in the countries concerned, there is nothing to be gained from a dark roast as in the Latin countries and Turkey. This kind of special roasting, which includes the so-called « espresso » variety, must, therefore be ruled out for this reason.

However, « heart roasting » by preliminary treatment, as introduced by the Author as far back as ten years ago, and the so-called Presca roasting discovered since in Switzerland, have become fairly significant aids to the improvement of Robusta coffee.

The mechanism of these roasting processes is described and compared with the normal roastings corresponding. It is also explained in chemical terms so far as possible.

Da in den fraglichen Ländern zudem noch verhältnismässig hell geröstet wird, ist durch eine Dunkelröstung, wie in den romanischen Ländern oder in der Türkei in dieser Hinsicht nichts zu erreichen. Diese Art Spezialröstung, worunter die sogenannte Espresso-Röstung zählt, scheidet demnach bei dieser Betrachtung aus.

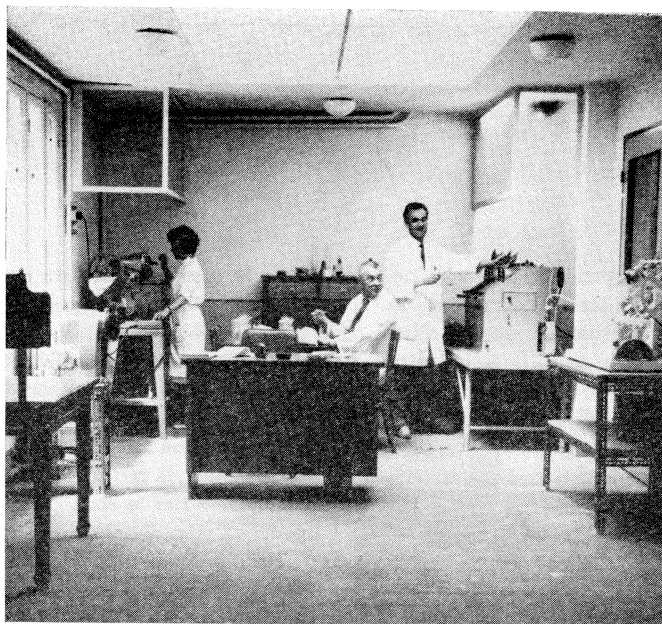
Dagegen haben die vom Verfasser schon vor zehn Jahren eingeführte Kernröstung durch Vorbehandlung, ferner die sogenannte Presca-Röstung, die eine Schweizer Erfindung ist, heute eine gewisse Bedeutung erlangt, um den Robustakaffee zu veredeln.

Die Wirkungsweise dieser Röstverfahren wird im Vergleich zu entsprechenden Normalröstungen geschildert werden und, soweit es zur Zeit schon möglich ist, auch chemisch erklärt werden.

Como en dichos países se practica una tostadura relativamente clara, no hay posibilidad de corrección con tostadura oscura, como la que se hace en los países latinos y en Turquía. Este tipo de tostadura especial al cual pertenece la tostadura llamada « espresso » debe pues eliminarse.

Por lo contrario se atribuye bastante importancia, en lo tocante a la mejora del café Robusta, a la « tostadura de corazón » previo tratamiento que fué introducida por el Autor hace diez años y a la tostadura llamada Presca que fué descubierta ulteriormente en Suiza.

Descríbese y compárase con las tostaduras normales correspondientes el modo de acción de estas tostaduras especiales. Se explica también desde el punto de vista químico con los datos actualmente disponibles.



Atelier de technologie de l'IFCC

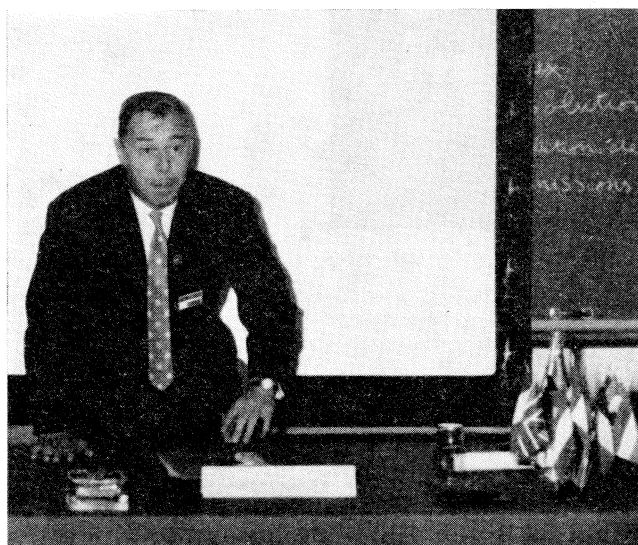
LES BASES SCIENTIFIQUES ET QUELQUES PROBLÈMES

DE L'INDUSTRIE DES EXTRAITS SOLUBLES

F.-L. MÜLLER

Société AFICO, Lausanne

Il est un fait que parmi les produits dérivés des cafés destinés à la consommation, les extraits de café en poudre ont évolué ces dix dernières années d'une manière spectaculaire. La participation de cette industrie



dans la consommation du café vert est devenue un facteur considérable. Citons ici qu'en Europe seulement on peut estimer, pour 1963, que 10 % environ du café vert importé sera utilisé pour la fabrication du café soluble, pourcentage qui représente plus du double de celui d'il y a 10 ans. Ceci constitue une augmentation de la consommation totale de café. Une amélioration constante de la qualité, la réduction des prix, ainsi que la tendance manifestée par le consommateur d'acheter des aliments prêts à l'emploi ont stimulé ce développement.

Parallèlement à cette évolution, la recherche de base s'est considérablement développée par l'étude de la matière première et des méthodes de contrôle des différentes phases de la fabrication. En même temps, le développement technologique des opérations unitaires du procédé de fabrication, dont le principe est bien connu, évolue à un rythme accéléré.

J'aimerais tracer maintenant en quelques mots les principaux domaines où la recherche de base et l'information scientifique plus poussées sont nécessaires. Je regrette de vous décevoir en ce sens que je n'entrerai pas dans les détails de la fabrication ni dans celui des résultats des recherches, domaine pourtant fort intéressant.

Au point de vue scientifique, on peut définir l'ultime but recherché comme étant l'obtention d'un produit qui organoleptiquement soit identique à une boisson fraîchement préparée à partir de café torréfié, qui soit tout aussi acceptable, dont la préparation offre un maximum de facilités, dont la conservation des qualités organoleptiques soit parfaite durant un temps de stockage relativement long et dont le prix soit avantageux.

Il va sans dire qu'un tel but est très ambitieux et ne signifie en fait rien d'autre que faire mieux que la nature. La mise en œuvre de toutes les possibilités scientifiques est nécessaire pour avancer. Si le progrès dans cette direction est difficile et lent, ce n'est pas sans raisons ; examinons-en quelques-unes :

1) Connaissance encore insuffisante de la nature des composants clés, de leur comportement à partir de la torréfaction du café vert et au cours des différentes phases du procédé.

2) Complexité des mélanges de substances, mélange de substances très réactives et souvent en quantités minimes.

3) La chimie des corps naturels est compliquée et extrêmement diversifiée. Citons simplement dans ce rapport les différentes classes de substances réactives de l'arôme de café, la chimie des hydrates de carbone, celle des protéines et des polyphénols, etc. Ce que nous avons entendu au cours de cette réunion en est une preuve.

4) Le manque de corrélation — et peut-être l'impossibilité d'en établir une — entre la composition chimique et la qualité organoleptique permettant d'évaluer et d'accélérer le progrès technique.

Je reviendrai plus loin sur ce point.

Les facteurs principaux influençant la qualité de l'extrait en poudre sont les suivants :

- qualité organoleptique du café vert mis en œuvre,
- mélange,
- technique et degré de torréfaction,
- procédé d'extraction et de séchage.

Les défauts organoleptiques qui se trouvent dans les cafés verts, tel par exemple le goût fermenté, terreux, rioté, etc., dus à des traitements incorrects de ces cafés pendant la préparation, supportent généralement le procédé de fabrication et se retrouvent dans le produit final. Il est donc indispensable que des limites de qualité soient définies et respectées ; ceci nécessite l'établissement d'un système d'évaluation organoleptique et de contrôle qui permette de veiller à la conformité de la matière première avec ces limites de qualité. L'appréciation organoleptique doit être le critère décisif pour le choix de la matière première. A partir de l'achat du café vert, toutes les phases intermédiaires de la fabrication sont étroitement suivies par un contrôle organoleptique jusqu'à l'obtention du produit final. Dans ce domaine, les méthodes scientifiques n'ont encore donné qu'un appui bien restreint. Il ne fait pas de doute que les exigences des fabricants de café soluble en ce qui

concerne la qualité du café vert devraient intéresser et influencer de plus en plus les producteurs de café.

Le choix du mélange, la technique et la régularité de la torréfaction sont de la même importance. Ces facteurs permettent au fabricant de varier et d'influencer la qualité de son produit, selon le goût du pays, par exemple.

Le degré de reproduction de ces facteurs et la qualité organoleptique dans le produit final dépendent du traitement que le café torréfié subit au cours des différentes phases du procédé de fabrication. C'est là aussi que les différents critères de qualité appréciés dans le café torréfié ou dans un bon extrait frais diminuent ou se perdent ; des éléments organoleptiques indésirables peuvent même apparaître.

Le vaste champ de travail du technicien s'ouvre ici et les tendances peuvent se résumer comme suit :

— récupération des arômes volatils et réduction des pertes d'arôme au minimum,

— choix des conditions optimum d'extraction afin d'obtenir des extraits dont les qualités organoleptiques soient exemptes de caractères indésirables et adaptation de la technique d'extraction aux propriétés des cafés mis en œuvre,

— développement de méthodes de concentration et de séchage laissant intacts les composants non volatils et importants pour le goût,

— amélioration des méthodes de contrôle du procédé de fabrication par l'introduction de critères plus représentatifs que certains composants facilement analysables, mais sans rapport avec les qualités gustatives.

La conduite des travaux de développement exige des connaissances toujours plus complètes de la composition de la matière première ; le but en est une utilisation aussi bonne que possible, une reproduction aussi fidèle que possible des qualités de départ dans le produit fini et l'assurance que ce dernier possède les qualités d'une marchandise parfaitement saine et propre à la consommation.

J'aimerais revenir à ce qui a été dit plus haut ; c'est le manque de corrélation entre la composition d'un extrait de café soluble et sa qualité organoleptique. Il est bien évident que la qualité organoleptique d'un produit soluble ne peut pas être définie, ni par la teneur en cendres, ni par celle en caféine et surtout pas par la quantité de café vert mise en œuvre, car le choix de la matière première et le procédé utilisé par les fabricants peuvent faire un bon ou un mauvais produit à partir de la même quantité de café vert. De même, il n'existe pas non plus de méthode standard pour la préparation d'un café-boisson, méthode « ménagère ». En d'autres termes, il n'y a pas nécessairement corrélation entre le taux d'extraction — tout en restant dans certaines limites — et la qualité du produit final. Par contre, une bonne utilisation de la matière première est dans l'intérêt du consommateur et du fabricant en ce qui concerne le prix. Maintenir et ajuster le niveau de qualité d'un café soluble à l'appréciation des consommateurs doivent être

considérés comme le but primordial du fabricant, mais pour y parvenir, il faudrait qu'il soit parfaitement libre d'utiliser le procédé qu'il estime le mieux approprié.

En conclusion, on peut dire que dans la fabrication des extraits de café soluble on applique au maximum les connaissances scientifiques sur le café vert et torréfié et on cherche à les intégrer dans la technologie. On est amené à développer des techniques de fabrication de plus en plus raffinées, qui ont pour but de produire un article présentant des qualités organoleptiques constamment améliorées et parfaitement sain dans son emploi. L'on peut espérer que, contrairement à ce qui s'est parfois produit dans le domaine si vaste des denrées alimentaires, des prescriptions légales ne s'opposeront pas à cette évolution dans ce qu'elle a de légitime.



M. WILBAUX, président la séance consacrée aux produits dérivés du café et aux aperçus technologiques.

MÜLLER (F. L.). — **Les bases scientifiques et quelques problèmes de l'industrie des extraits solubles.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963, *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 372-375.

Au cours des dix dernières années, on a pu constater une évolution spectaculaire des extraits de café en poudre. Parallèlement, la recherche fondamentale et la technologie des différentes phases de fabrication se sont considérablement développées. Cependant, la lenteur des progrès est due à :

- la connaissance encore insuffisante de la nature des composants clés et de leur comportement au cours des différentes phases de fabrication depuis la torréfaction,
- la complexité des mélanges de substances,
- la complexité et la diversité de la chimie des corps naturels,
- le manque de corrélation entre la composition chimique (taux d'extraction) et la qualité organoleptique de l'extrait de café soluble.

Les principaux facteurs qui influencent la qualité de l'extrait en poudre sont : la qualité organoleptique du café vert mis en œuvre, le mélange, la technique et le degré de torréfaction, le procédé d'extraction et de séchage.

Les techniciens axent actuellement leurs travaux sur les points suivants :

- Récupération des arômes volatils et réduction des pertes d'arôme,
- Choix des conditions optima d'extraction pour éliminer les caractéristiques indésirables présentes dans le café mis en œuvre et adapter la technique d'extraction aux propriétés de ces cafés.
- Mise au point de méthodes de concentration et de séchage laissant intacts les composants non volatils et importants pour le goût.
- Amélioration des méthodes de contrôle du procédé de fabrication.

On voit que dans la fabrication des extraits de café soluble on est amené à développer des techniques de plus en plus raffinées, ayant pour but la production d'un article présentant des qualités organoleptiques constamment améliorées et parfaitement sain.

MÜLLER (F. L.). — **The scientific basis of soluble-extract manufacture and the problems to which it gives rise.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris vol. VII, n^o 4, oct.-déc. 1963, p. 372-375.

The past decade has witnessed spectacular progress in the matter of instant-coffee, powder extracts. Running parallel to this evolution, basic technological research into the various phases of manufacture has also developed considerably. The slow rate of progress here is due to :

— our still inadequate knowledge of the nature of key components and the way they react to the various stages of manufacture from roasting onwards ;

— the complexity of the substances mingled ;

— the lack of correlation between the chemical composition (degree of extraction) and the organoleptic nature of the soluble coffee extract.

The principle factors at play in the quality of powder extracts are: the organoleptic value of the green coffee employed, the blending and the technique and degree of roasting, the extracting and drying process.

Technical experts are now concentrating on :

— the recuperation of volatile aromas and the reduction of loss of smell ;

— the choice of optimum extracting conditions in order to eliminate undesirable features in the coffee used and to adapt extraction methods to the properties of these coffees ;

— the perfecting of concentration and drying methods such as leave intact the non-volatile components influencing taste ;

— the improving of means to check manufacture.

It is thus obvious that the manufacture of instant coffee extracts gives rise to increasingly delicate techniques, the purpose being to produce a perfectly healthy product the organoleptic qualities of which are in a state of continual improvement.

MÜLLER (F. L.). — **Die wissenschaftlichen Grundlagen und einige Problemen der Kaffee-Extraktpulverindustrie.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 4, oct.-déc. 1963, p. 372-375.

Während der letzten zehn Jahren hat man eine auffallende Entwicklung der Kaffee-Extraktpulver feststellen können. Die Grundlagenforschung und die Technologie der verschiedenen Herstellungsphasen sind gleichfalls beträchtlich entwickelt worden. Die langsamen Fortschritte erklären sich :

— durch die noch ungenügende Kenntnis über die Beschaffenheit der Haupt- und Grundbestandteile und ihr Verhalten während der verschiedenen Herstellungsphasen vom Rösten aufwärts,

— durch die Kompliziertheit der Substanzmischungen,

— durch die Kompliziertheit und Verschiedenheit der pflanzlichen Chemie,

— durch den Mangel an Wechselbeziehung zwischen der chemischen Zusammensetzung (Extraktionsprozentatz) und dem organoleptischen Wert des Kaffee-Extraktpulvers.

Die Hauptfaktoren, die die Qualität des Kaffee-Extraktpulvers beeinflussen, sind : der organoleptische Wert des grünen bearbeiteten Kaffees, die Mischung, die Technik und der Röstungsgrad, das Extraktions- und Trocknungsverfahren.

Die Arbeiten der Techniker drehen sich um folgende Fragen :

— Wiedergewinnung der flüchtigen Aromen und Verminderung der Aromaverluste,

— Wahl der optimalen Extraktionsbedingungen, um die unerwünschten im behandelten Kaffee vorhandenen Merkmale wegzuschaffen und die Extraktionstechnik an die Eigenschaften dieser Kaffeesorten anzugleichen,

— Ausarbeitung der Konzentrations- und Trocknungsmethoden, die die nichtflüchtigen und für den Geschmack wichtigen Bestandteile unberührt lassen,

— Verbesserung der Kontrollmethoden des Herstellungsverfahrens.

Es ist ersichtlich, dass man bei der Herstellung von Kaffee-Extraktpulvern dazu genötigt ist, immer verfeinertere Techniken zu entwickeln, um eine vollkommen gesunde Ware zu erzeugen, die fortwährend verbesserte organoleptische Eigenschaften aufweist.

MÜLLER (F. L.). — **Las bases científicas y algunos problemas de la industria de los extractos solubles.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 4, oct.-déc. 1963, p. 372-375.

Durante los últimos diez años se ha observado una extraordinaria evolución en los extractos de café en polvo. Paralelamente la investigación básica y la tecnología de las varias fases de elaboración del producto se desarrollaron considerablemente. Sin embargo los progresos son lentos debido a :

— un conocimiento aun insuficiente de la naturaleza de los componentes de importancia primordial y de su comportamiento durante las varias fases de fabricación del producto a partir de la tostadura,

— la complejidad de las mezclas de sustancias,

— la complejidad y diversidad de la química de los cuerpos naturales,

— la falta de correlación entre la composición química (porcentaje de extracción) y la calidad organoléptica del extracto de café soluble.

Los principales factores que influyen sobre la calidad del extracto en polvo son : la calidad organoléptica del café verde elaborado, la mezcla, la técnica y el grado de tostadura, el método de extracción y desecación.

Actualmente los técnicos estudian los puntos siguientes :

— recuperación de los aromas volátiles y reducción de las pérdidas de aroma,

— elección de las condiciones óptimas de extracción para eliminar las características indeseables presentes en el café que se está elaborando y adaptar la técnica de extracción a las propiedades del café,

— desarrollo de métodos de concentración y desecación que no alteren los componentes no volátiles e importantes para el gusto,

— mejora de los métodos de control de la técnica de fabricación.

Véase pues que en la fabricación de extractos de café soluble es necesario desarrollar técnicas siempre más refinadas adecuándolas a un fin determinado, la obtención de un producto presentando calidades organolépticas constantemente mejoradas y perfectamente sano.

REMARQUES SUR UN APPAREIL STANDARD DE TORRÉFACTION *

T. BULLO et E. ILLY
Illy & Hausbrandt, Trieste

1) Schéma du principe d'un appareil standard de torrification

La nécessité d'adopter, dans le domaine de la recherche sur le café torréfié, un appareil standard de torrification, permettant de préparer des échantillons reproductibles de café torréfié, a déjà été ressentie par les chercheurs.

Dans l'article « On the color of coffee » (1), C. A. LITTLE et G. MACKINNEY décrivent un torrificateur construit par la société Jabez Burns. Ils le modifièrent en ajoutant un appareil de contrôle qui permet, lorsque l'on mesure la température du grain, de régler le brûleur à l'aide d'un système de rétroaction et d'établir un cycle de torrification avec une température du grain sensiblement constante.

L'appareil est de plus muni d'un dispositif de refroidissement par courant d'air, à convections forcées, qui normalise la phase de refroidissement de la charge.

L'équilibre physico-chimique qui caractérise le processus de torrification étant influencé par les deux facteurs fondamentaux suivants :

- la loi d'admission de la chaleur dans la chambre de torrification pendant la durée de la torrification,
- les caractéristiques du milieu dans lequel a lieu le phénomène (réducteur, oxydant ou neutre),

nous considérons que l'appareil devrait être modifié de façon à pouvoir réaliser plus facilement un cycle de torrification donné, en respectant les deux conditions énoncées ci-dessus.

En fait, on ne devrait pas tant mesurer et contrôler la température des grains qu'établir une certaine configuration de l'équilibre énergétique.

A cet égard, il est utile de séparer la source de chaleur de la chambre de torrification, puisqu'avec ce système la chaleur est intégralement fournie par convection, au moyen du produit de combustion, ce qui élimine les

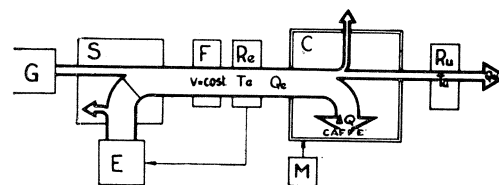
phénomènes de conduction et de radiation que l'on trouve dans les torrificateurs usuels, tant industriels qu'expérimentaux, dotés d'une chambre de combustion adjacente à la chambre de torrification.

De plus, le fait d'avoir utilisé pour véhiculer la chaleur les produits de combustion eux-mêmes, provenant du brûleur, cause certaines difficultés et erreurs dans les évaluations calorimétriques quantitatives, par suite de la nécessité de déterminer la composition des fumées qui, de plus, sont toujours altérées par les impuretés du combustible.

C'est pourquoi, pour faciliter l'évaluation calorimétrique quantitative mentionnée ci-dessus et en même temps satisfaisante aux exigences du point b) concernant l'établissement de conditions de milieu bien définies, il convient de substituer à la chambre de combustion un échangeur de températures avec une source de chaleur variable, laissant pénétrer dans la chambre de torrification un courant de gaz donnés.

Dans ses grandes lignes, l'appareil standard de torrification devra par conséquent être constitué d'une source de chaleur E, qui fournira de la chaleur, par

Graphique 1. — Schéma du principe de l'appareil standard de torrification



- G = Générateur du mélange de gaz.
- S = Echangeur de températures.
- E = Source de chaleur.
- C = Chambre de torrification.
- Re, Ru = Enregistreurs de températures.
- F = Régulateur de débit.
- M = Appareil pour mesurer la température de la paroi.

(1) *Food technology*, vol. XIII, n° 10, 1959.

(*) Communication présentée en anglais.

l'intermédiaire de l'échangeur de températures S, aux gaz provenant du générateur G.

Les gaz pénétreront alors dans la chambre de torréfaction calorifugée de façon appropriée, abandonnant une partie de leur chaleur aux échantillons de café normalisés et effectuant ainsi l'opération de torréfaction.

Si la chambre de torréfaction est, comme nous l'avons déjà dit, calorifugée et si sa capacité thermique est maintenue très basse au moyen d'un artifice de construction, et si de plus elle est amenée à une des conditions de régime standard convenables, les pertes de chaleur peuvent alors être considérées comme négligeables et l'équation thermique devient :

$$(1) Q_e - Q_u = \text{chaleur absorbée par le café} = \Delta Q$$

avec :

Q_e = quantité de chaleur (enthalpie) des gaz à leur entrée,

Q_u = quantité de chaleur (enthalpie) des gaz à leur sortie.

2) Calcul de la quantité de chaleur absorbée par le café

Pendant un certain intervalle de temps Δt , la quantité de chaleur ΔQ absorbée par le café, dans les conditions indiquées en (1), est donnée par la formule :

$$(2) \Delta Q = Q_e - Q_u = \frac{V}{22,4} \alpha (T_e \ln T_e - T_u \ln T_u) \Delta t$$

dans laquelle :

V = débit du mélange de gaz chauffants (m^3/sec)

α = chaleur spécifique, à pression constante, d'une molécule du mélange mentionné (Cal/Mol)

T_e = température du mélange à l'entrée (K°)

T_u = température du mélange à la sortie (K°)

La chaleur spécifique est la moyenne des chaleurs spécifiques des différents composants, valeurs que l'on peut trouver dans la littérature technique.

En rendant V constant à l'aide d'un régulateur de débit F , les seules quantités à mesurer dans l'intervalle de temps Δt sont T_e et T_u au moyen de couples thermo-électriques et d'enregistreurs électroniques.

En adoptant finalement pour ces dernières mesures des enregistreurs synchronisés qui donnent les valeurs à des intervalles de temps égaux à Δt , il n'est pas utile d'introduire la formule (2) pour le temps t_c , se rapportant au cycle de torréfaction ; il est suffisant de faire le total et nous avons ainsi :

$$(3) \sum_0^{t_c} \Delta Q = \text{chaleur absorbée par le café pendant le cycle de torréfaction.}$$

3) Remarques

La fonction T_u sera toujours une résultante, tandis que la fonction d'alimentation T_e peut être considérée comme une fonction pilote pour le procédé au moyen d'un réglage à rétroaction à partir de l'enregistreur R_e jusqu'à la source de chaleur E , déterminant ainsi une loi préétablie.

On remarquera de plus que la relation fondamentale(1) de laquelle nous sommes partis est exacte, à moins que nous ne tenions compte de la chaleur dégagée par le café lui-même, à l'intérieur de la chambre de torréfaction, et des effets annexes de la torréfaction elle-même qui est exothermique dans sa seconde phase.

La mesure de cette quantité de chaleur nécessiterait la détermination de la chaleur spécifique du café aux différentes températures, valeur qui, dans la phase exothermique, aurait un signe opposé.

Cependant, si on ne peut utiliser la formule (1) sans une telle étude préalable pour les recherches sur le phénomène de torréfaction, elle est acceptable pour la normalisation du procédé pour des travaux comparatifs, car on peut présumer que l'erreur due à l'ignorance de la quantité de chaleur émise par le café lui-même est, au moins dans certaines limites, constante et indépendante de la qualité.

Rappelons qu'un tel effet est imputable aux processus de distillation à sec des substances que l'on trouve dans tous les types de café telles que lignine, cellulose et hydrates de carbone qui, avec l'eau, représentent en moyenne plus de 50 % des constituants du café.

Finalement, nous remarquons que, pour le conditionnement de la chambre de torréfaction, il faudra porter cette dernière à une température donnée, dans un temps donné, et maintenir cette température pendant un certain temps, également fixé à l'avance.

Dans ce but, il serait bon de mesurer la température de la paroi t_p en un ou plusieurs points caractéristiques. De plus, on pourrait mesurer la température des grains, comme donnée auxiliaire.

4) Refroidissement de la charge

Pour normaliser l'échantillon de café torréfié destiné à subir la succession des opérations d'extraction, c'est-à-dire de préparation de la boisson, il n'est pas suffisant de normaliser uniquement le processus de torréfaction en utilisant, comme nous le suggérons, un appareil standard de torréfaction ; il faut aussi standardiser la phase de refroidissement de la charge qui suit.

Pour une telle opération, il suffit d'utiliser une autre chambre calorifugée, dans laquelle le café torréfié est refroidi par convection au moyen d'un courant d'un gaz donné.

Il n'y aura qu'à fixer la capacité, la température des gaz admis et le temps de passage, règle qui de plus a déjà été adoptée par les chercheurs cités.

BULLO (T.), ILLY (E.). — **Remarques sur un appareil standard de torréfaction.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 376-378, fig.

Tous les chercheurs sentent la nécessité d'adopter un appareil standard de torréfaction permettant de préparer des échantillons reproductibles de café torréfié. Un tel appareil devrait être constitué d'une source de chaleur qui, par l'intermédiaire d'un échangeur de températures, fournirait de la chaleur à des gaz provenant d'un générateur. Ces gaz chauds pénétreraient dans une chambre de torréfaction calorifugée, où ils abandonneraient aux échantillons de café normalisés une partie de leur chaleur, effectuant ainsi l'opération de torréfaction.

L'équation thermique et le mode de calcul de la quantité de chaleur absorbée par le café sont donnés et commentés.

Il n'est pas suffisant de normaliser le processus de torréfaction pour obtenir des échantillons de café torréfié standards ; il faut aussi normaliser l'opération de refroidissement de la charge. Pour cela, il suffit d'utiliser une autre chambre calorifugée dans laquelle le café torréfié est refroidi par convection au moyen d'un courant d'un gaz donné.

BULLO (T.), ILLY (E.). — **Comment on a standard coffee roaster.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts torréfiés et leurs dérivés, Paris 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 376-378, fig.

All research workers are aware of the need to adopt a standard roaster such as would enable roasted coffee samples to be prepared in view of reproduction. A roaster on these lines would have to be based on a source of heating which would supply calories to gas from a generator by means of a temperature exchanger. These warm gases would enter into an insulated roasting chamber where part of their heat would be turned over to the standardized coffee samples, thus enabling the roasting process to take place.

The thermal equation and means of reckoning the amount of heat absorbed by coffee are given and analysed.

It is not enough to standardize the roasting process to obtain standard samples of roasted coffee : the cooling operation must also be standardized. For this purpose, another insulated chamber is employed in which roasted coffee is cooled by convection thanks to the flow of a given gas.

BULLO (T.), ILLY (E.). — **Bemerkungen über eine Standardkaffeeröstmaschine.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris 20-22 mai 1963. *Café cacao thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 376-378, fig.

Alle Forscher verstehen, dass es notwendig ist, eine Standardkaffeeröstmaschine anzuschaffen, die ermöglichen würde, wie hererzeugbare Röstkaffeeproben zuzubereiten. In eine solche Kaffeeröstmaschine sollte eine Wärmequelle eingebaut werden, die durch einen Temperatúraustauscher den von einem Generator entstehenden Gasen die Wärme liefern würde.

Diese warmen Gase würden in eine wärmeisolierte Röstkammer eindringen, wo sie den normalisierten Kaffeeproben einen Teil ihrer Wärme überlassen und dabei das Rösten vollziehen würden.

Die thermische Gleichung und die Rechnungsart der durch den Kaffee absorbierten Wärmemenge sind gegeben und erklärt.

Um Standardröstkaffeeproben zu erhalten, genügt es nicht das Röstungsverfahren sondern den Abkühlungsprozess zu normalisieren. Dafür reicht es eine andere wärme isolierte Kammer zu verwenden, in welcher der Röstkaffee mittels eines gegebenen Gasstromes durch Konvektion abgekühlt wird.

BULLO (T.), ILLY (E.). — **Notas sobre un tostador estandar.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris 20-22 mai 1963, *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 376-378, fig.

Todos los investigadores sienten la necesidad de adoptar un tostador estandar permitiendo la preparación de muestras reproducibles de café tostado. El tostador está constituido por una fuente de calor, la cual, mediante un cambiador de temperaturas, calentaria los gases procedientes de un generador. Los gases calientes penetrarian en una cámara calorifugada de tostadura donde abandonarían parte de su calor a las muestras de café normalizadas, efectuando así la operación de tostadura.

Se presentan y comentan la ecuación térmica y el modo de calcular la cantidad de calor absorbida por el café.

Para obtener muestras estandar de café tostado, no basta normalizar el proceso de tostadura ; es preciso también normalizar la operación de enfriamiento del café. Para eso basta utilizar otra cámara calorifugada en la cual el café tostado se enfría por convección mediante una corriente de un gas determinado.

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE TECHNOLOGIQUE DU GONFLEMENT DU CAFÉ AU COURS DE LA TORRÉFACTION

H. RABECHAUT

Laboratoire de Physiologie végétale
ORSTOM, Paris

Pour une même qualité, un café gonflant beaucoup à la torréfaction permettra de présenter à l'acheteur des paquets plus gros qu'un café gonflant peu. Le gonflement du café doit donc être considéré quant à « l'effet psychologique » grâce auquel on peut rendre la vente du produit plus facile.

Nous avons montré précédemment que le gonflement n'était pas subit mais progressif et qu'il pouvait être effectué en plusieurs étapes. Nous avons montré aussi qu'il était d'autant plus important que la température de torréfaction était plus élevée. Nous avons enfin décrit la part prise par divers phénomènes dans l'augmentation globale du volume (gonflement cellulaire, gonflement lacunaire, libération des contraintes, déroulement de l'albumen).

Nous n'avons pas l'intention d'aborder aujourd'hui la dynamique du phénomène. Nous voudrions simplement mettre l'accent sur deux facteurs du gonflement qui m'ont semblé importants.

En effet, vous savez que le gonflement du café dépend non seulement du déroulement de la torréfaction, mais aussi de la variété ou de l'espèce productrice (Arabica, Robusta), de sa provenance, de la grosseur des grains et de leur humidité. Ces facteurs interfèrent beaucoup, mais dans les différences que l'on met sur le compte de la variété, de la provenance ou du déroulement de la torréfaction, on observe que la grosseur des grains et leur teneur en eau sont souvent aussi en cause. Il nous a été dit à plusieurs reprises que les Robusta de Madagascar gonflaient plus à la torréfaction que les Robusta de Côte d'Ivoire. Ce n'est pas une règle absolue ainsi que nous le verrons plus loin et il nous a semblé que les différences constatées étaient associées de différences de granulométrie et de teneur en eau, les Robusta de Madagascar étant souvent à grains plus gros et plus humides (jusqu'à 14%). Aussi, nous voudrions montrer dans ce cas particulier le rôle de ces deux derniers facteurs dans les différences constatées.

Matériel et méthode

Nous avons pris comme matériau des lots de Robusta recueillis sur des arbres sélectionnés en République Malgache et en République de Côte d'Ivoire et préparés selon la même technique que le café commercial.

La torréfaction a été effectuée dans un torréfacteur de laboratoire permettant de griller simultanément une dizaine d'échantillons de 100 à 250 g de café vert ou dans un appareil comportant une sonde rotative tournant au centre d'un four électrique thermo-régulé et qui permettait de traiter quelques grains de café seulement dans des conditions satisfaisantes.

Les mesures de volume apparent étaient prises à l'éprouvette avec un tassement toujours égal provoqué par des chocs de même force et de nombre constant. Nous nous sommes servis enfin du volumètre d'Amsler à mercure ou de la méthode au sable pour le calcul du volume réel.

Résultats

Nous examinerons successivement : la granulométrie et l'humidité des grains, mais il est bien évident que les deux facteurs sont plus ou moins liés. En effet, l'humidification des grains de café secs provoque une légère augmentation de leur volume.

GRANULOMÉTRIE

Pour montrer son influence, il suffit de tamiser un lot de café à travers une série de tamis à mailles de plus en plus fines : 8,0 ; 7,5 ; 7,0 ; 6,5 ; 6,0 ; 5,5 ; etc. et de torréfier une même quantité de grains de chacune des fractions obtenues, après s'être assuré que leur teneur en eau est identique. On se rend compte que le gonfle-

ment final dépend du nombre de grains par lot ou de la grosseur des grains au départ.

Sur le graphique I, nous avons reporté en abscisse les granulométries d'un café Robusta de Madagascar et en ordonnées le nombre de graines pour 100 g, le volume apparent de 100 g et le gonflement pour 100 des grains de chacune des fractions. Vous voyez que les courbes du nombre de grains par fraction granulométrique et celles de leur volume ont des allures identiques, mais sont inversées. Quand au gonflement apparent, il est peu variable bien que légèrement en faveur des faibles granulométries. On peut penser que le gonflement d'un café est d'autant plus important que les grains sont gros ou que la proportion de gros grains est importante.

Le graphique II montre d'ailleurs que le gonflement réel d'un même nombre de grains (ici ce nombre a été rapporté à 10) est en effet plus important pour les fortes granulométries que pour les faibles. Il s'agit ici d'une question de volume du matériau mis en œuvre au départ. Si nous regardons à présent la distribution des fréquences de trois cafés Robusta de provenances diverses, il n'est pas besoin d'analyse statistique pour voir qu'ils diffèrent quant à la proportion de leurs diverses granulométries (graphique III). Ici on peut supposer que le Robusta INEAC gonflera davantage que les deux autres. C'est ce qui est mis en évidence dans le tableau I ci-après où nous avons classé les différents Robusta selon la fréquence maxima de leur granulométrie. Dans la dernière colonne, nous avons indiqué le gonflement correspondant de ces divers cafés ; vous voyez que plus les fréquences maxima dans les granulométries (chiffres en

gras) sont vers la droite, c'est-à-dire se déplacent vers les classes de grains les plus gros, plus le gonflement a été important, et que l'on trouve aussi bien chez les Robusta en provenance de Côte d'Ivoire que chez les Robusta en provenance de Madagascar des gonflements importants.

Dans l'avant-dernière colonne, nous avons inscrit les pourcentages de teneur en eau de ces divers cafés, cette teneur qui se situe aux environs de 9,08 à 9,73 % est peu différente d'une variété à l'autre et n'a pas influencé considérablement le gonflement.

HUMIDITÉ

Il est certain que l'humidité agit sur la granulométrie et la densité des grains de café vert.

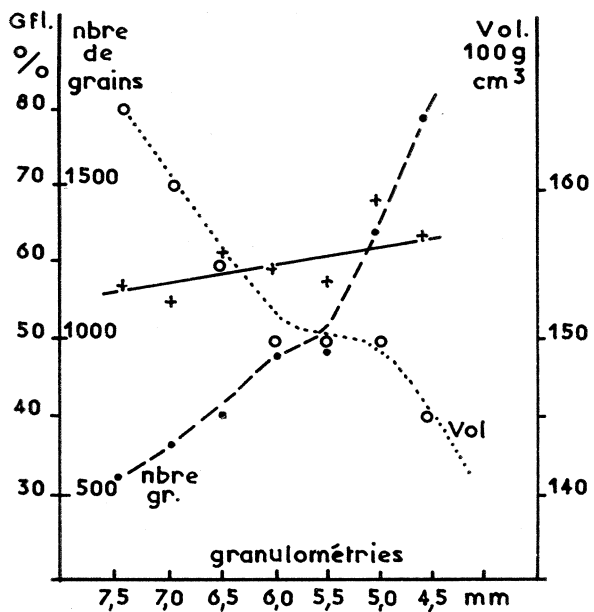
CELTON (1), le premier, a montré l'influence de l'humidité sur le gonflement du café et il a trouvé que le gonflement était en relation avec la perte de poids. Un café vert sec perd 25 % de son poids pour un gonflement de 55 %, tandis qu'un café humide a une perte de poids de 26 % lorsque son gonflement est de 30 %. On peut supposer que ce dernier aurait une perte de poids plus importante que le café sec si son gonflement était de 80 %, mais ce n'est pas évident.

Nous sommes partis de lots de 100 g d'un café Robusta de Côte d'Ivoire, desséchés à l'étuve à 60 °C jusqu'à 4 %. Ces lots ont été ensuite réhumidifiés progressivement, en les plaçant dans une enceinte à 18 °C où l'atmosphère était saturée d'eau. On voit tout d'abord sur le graphique IV l'augmentation de volume et du pour-

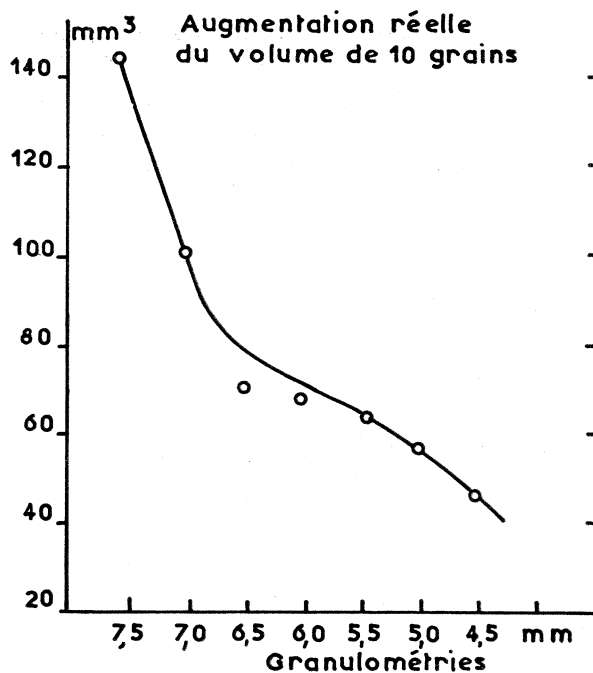
TABLEAU I

Pourcentage de gonflement de divers cafés en fonction de la distribution de leur granulométrie
(Les variétés de Madagascar sont précédées d'un M, celles de Côte d'Ivoire d'un C)

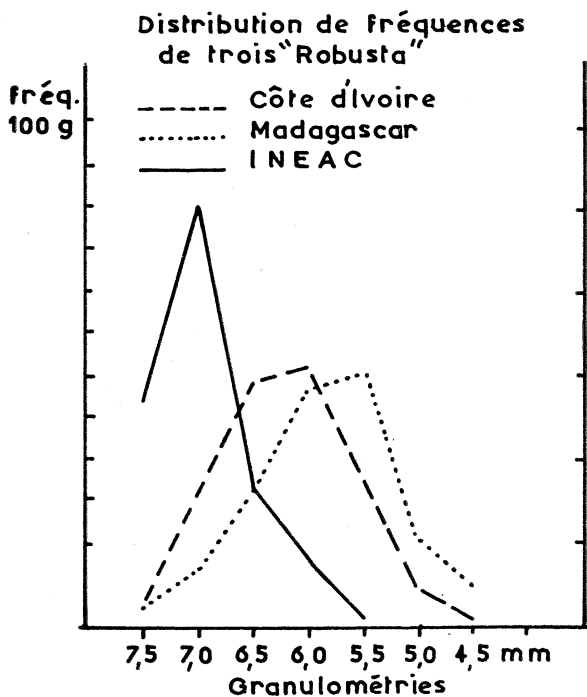
	4,5	5	5,5	6	6,5	7	7,5	Humidité %	Gonfle- ment %
<i>Cafés de Côte d'Ivoire :</i>									
C Java	0,33	6,13	27,77	40,29	20,49	4,77	0,18	9,43	78,78
C Congo C8	0,58	5,08	21,66	36,85	28,10	7,7		9,73	80,74
C INEAC T. V.	0,28	2,26	13,23	23,29	29,67	27,71	3,73	9,40	87,02
C Kissidougou		1,10	8,26	24,32	35,21	29,02	2,07	9,30	91,47
<i>Cafés de Madagascar :</i>									
M Ros 25	0,27	6,23	36,42	42,07	11,74	2,29	1,19	9,68	64,53
M Car 34	1,55	8,25	23,16	35,13	23,58	7,76	0,57	9,34	71,94
M Car 29	0,21	1,22	5,67	37,48	39,29	15,20	0,93	9,08	77,62
M RHP 25	0,13	1,09	4,47	8,53	29,28	54,64	2,08	9,51	86,25
<i>Examen comparatif :</i>									
M Ros 25	0,27	6,23	36,42	42,07	11,74	2,29	1,19	9,68	64,53
M Car 34	1,55	8,25	23,16	35,13	23,58	7,76	0,57	9,34	71,94
M Car 29	0,21	1,22	5,67	37,48	39,29	15,20	0,93	9,08	77,62
C INEAC C7	0,14	1,90	8,93	23,04	33,62	27,58	4,74	9,91	84,73
C INEAC T. V.	0,28	2,26	13,23	23,29	29,67	27,71	3,73	9,4	87,02
C Kissidougou		1,10	8,26	24,32	35,21	29,02	2,07	9,30	91,47



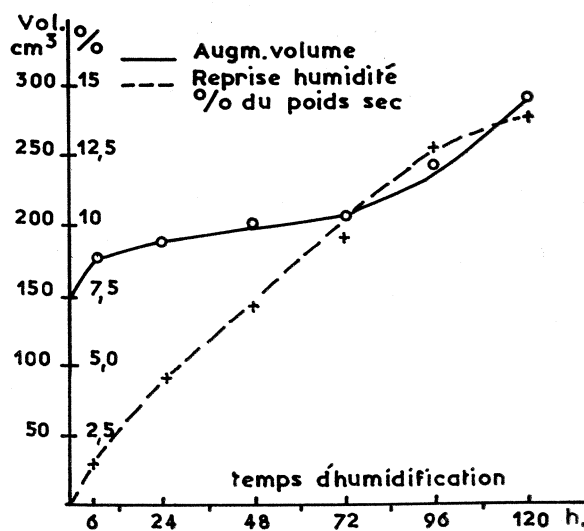
Graphique I.



Graphique II

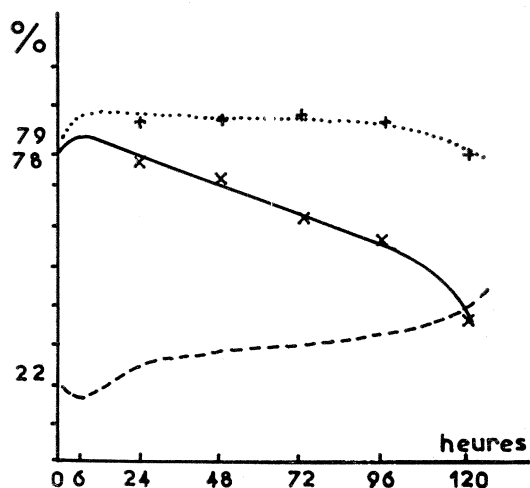


Graphique III.



Graphique IV.

..... Gonflement % du volume initial de grains séchés
 — Gonflement % du volume initial de grains humidifiés
 --- Perte de poids % du poids sec initial



Graphique V.

centage de reprise d'eau des grains lorsque les lots sont restés dans l'enceinte pendant des temps échelonnés entre 0 et 120 h.

Pendant les premières heures (graphique V), pour une reprise d'eau de 1 à 2 %, on remarque une augmentation évidente du taux de gonflement par rapport au volume initial de grains secs mis en œuvre. Le gonflement passe rapidement de 78 à 86 %. Il se maintient ensuite, puis baisse chez les échantillons dont le séjour en chambre humide égale ou dépasse 96 h, soit pour une reprise de 12 à 13 %.

Nous avons donc constaté un très léger effet de l'augmentation de la teneur en eau sur l'augmentation du volume du café vert (graphique IV). Mais cette augmentation du volume initial qui se produit vers la fin de l'humidification, n'influe pas sensiblement sur le taux de gonflement qui est alors stable. L'augmentation de la teneur en eau améliore sensiblement le gonflement,

mais dans une certaine limite qui est rapidement atteinte. CELTON (loc. cit.) n'a d'ailleurs pas obtenu avec des cafés Malgaches de gonflement supérieur à 86 %.

Conclusions

A égalité d'humidité, la granulométrie semble être l'un des facteurs principaux du gonflement du café. Dans ce cas, des cafés Robusta à grains relativement gros comme le Robusta INEAC cultivé en République de Côte d'Ivoire gonflent davantage que la plupart des cafés Robusta Malgaches.

L'augmentation de la teneur en eau chez un Robusta de Côte d'Ivoire améliore sensiblement son gonflement jusqu'à une certaine limite (86 %). La perte de poids semble inversement proportionnelle au gonflement chez les cafés humidifiés. Elle est d'autant plus importante que la teneur en eau est plus grande ; elle correspondrait donc au départ de cette dernière au cours de la torréfaction.

En définitive, il semble que beaucoup de cafés Robusta de Madagascar gonflent quelquefois plus que les Robusta de Côte d'Ivoire, parce que leurs grains sont plus gros et renferment plus d'eau. L'effet de l'augmentation de la teneur en eau n'est certainement pas la même chez tous les cafés Robusta et ce point mériterait une étude plus approfondie.

BIBLIOGRAPHIE

1. CELTON (R.). — Essais de torréfaction. Annexe I du Rapport annuel 1956 de la Station Agronomique de l'Ivoloïna, Madagascar (non publié).
2. COSTE (R.). — Les caféiers et les cafés dans le monde T. II, vol. I (Larose Edit.) Paris, 1960.
3. OROSCO (E.). — Contribuição ao estudo da chimica do café. *Rev. de Chemica Indust.*, n° 46, pp. 98-102 ; Rio de Janeiro, 1936.
4. RABECHAULT (H.). — Note préliminaire sur les études du gonflement du café au cours de la torréfaction. « *Café, Cacao, Thé* », Paris, Vol. II, n° 3, pp. 139-152, 1958.

DISCUSSION

M. SIMON : avez-vous étudié les systèmes de torréfaction dans lesquels on vaporise de l'eau pendant la marche de l'appareil ?

— M. RABECHAULT : non, mais cette réhumidification du café au moment de la torréfaction ne peut qu'améliorer le gonflement.

RABÉCHAULT (H.). — **Contribution à l'étude technologique du gonflement du café au cours de la torréfaction.**

1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 379-383, fig., réf.

Le gonflement des cafés au cours de la torréfaction dépend de plusieurs facteurs : la variété, la provenance (région de culture), le déroulement de la torréfaction (température, temps de torréfaction), la granulométrie et l'humidité des grains.

La granulométrie et l'humidité sont les deux points particuliers qui sont abordés ici. Il faut noter que lorsque la teneur en eau des grains augmente leur volume augmente aussi et, par conséquent, la granulométrie. Il y a donc une interaction entre les deux facteurs. Il existe une relation entre le pourcentage des grains de fort diamètre d'un lot et sa capacité de gonflement.

L'hygrométrie ou teneur en eau des grains ne semble pas aussi bénéfique pour le gonflement qu'on le pensait et il n'y a une augmentation du pourcentage de gonflement que lorsque la teneur en eau évolue entre certaines limites. Ainsi le gonflement passe de 78 à 86 % chez des Robusta de Côte d'Ivoire lorsque l'humidité globale des grains passe de 4 à 8 %.

RABÉCHAULT (H.). — **Contribution to the study of coffee swelling during roasting.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 379-383, fig., réf.

The swelling of coffees during roasting depends on several factors : the variety, the origin (area of cultivation), the characteristics of roasting (temperature, duration), the granulometry and the moisture content of the beans.

The granulometry and the moisture are both special points which are dealt with here. It has to be pointed out that when the water content of beans increases, their volume increases too and so in consequence does their granulometry. Then there is an interaction between both factors and a relation between the percentage of great diameter beans contained in a lot and the swelling capacity.

The hygrometry or water content of the beans does not seem so good for swelling as was thought formerly and there is only an increase in the percentage of swelling when the water content is maintained between certain limits. In this way the swelling changes from 78 to 86 % for Ivory Coast robusta when the global moisture of the beans changes from 4 to 8 %.

RABÉCHAULT (H.). — **Beitrag zur Untersuchung der Anschwellung des Kaffees beim Rösten.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 379-383, fig., réf.

Die Anschwellung des Kaffees beim Rösten hängt von mehreren Faktoren ab : der Sorte, der Herkunft (Anbaugebiet), dem Röstverlauf (Temperatur, Röstendauer), der Granulometrie und der Bohnenfeuchtigkeit.

Es handelt sich hier besonders um die Granulometrie und die Bohnenfeuchtigkeit. Man soll festhalten, dass wenn der Bohnenwassergehalt zunimmt, ihr Volumen und infolgedessen ihre Granulometrie auch zunehmen. Es gibt also eine Wechselwirkung zwischen beiden Faktoren. Der Prozentsatz der Bohnen mit grossem Durchmesser in einem Muster und ihre Anschwellungsfähigkeit stehen in einer Beziehung zueinander.

Der Bohnenwassergehaltschein nicht so vorteilhaft für die Anschwellung zu sein, wie man dachte, und der Anschwellungsprozentsatz erhöht sich nur, wenn der Wassergehalt zwischen gewissen Grenzen schwankt. So steigt die Anschwellung von 78 auf 86 % bei den Robustabohnen der Elfenbeinküste, wenn die Gesamtbohnenfeuchtigkeit von 4 auf 8 % steigt.

RABÉCHAULT (H.). — **Contribución al estudio tecnológico del aumento de volumen del café durante la tostadura.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 379-383, fig., réf.

El aumento de volumen de los cafés durante la tostadura depende de distintos factores : la variedad, la procedencia (región de cultivo), el proceso de la tostadura (temperatura, duración de la operación), la granulometría y la humedad de los granos.

En el presente estudio se examinan los dos factores granulometría y humedad. Es preciso notar que cuando aumenta el contenido de agua de los granos, también aumenta su volumen y por consecuencia la granulometría. Existe pues una interacción entre los dos factores. Hay una relación entre el contenido de granos de gran diámetro de un lote y su capacidad para aumentar de volumen.

La higrometría o contenido de agua de los granos no parece tan benéfica como se pensaba para el aumento de volumen y sólo cuando el contenido de agua fluctúa dentro de determinados límites crece el porcentaje de aumento de volumen. En cafés Robusta de la Costa de Marfil éste es de 78 % cuando la humedad global de los granos es de 4 % y alcanza un 86 % cuando dicha humedad es de 8 %.



Laboratoire de technologie de l'IFCC : examen de produits par des stagiaires d'outre-mer

ANALYSE DE CAFÉS FORTEMENT TORRÉFIÉS ET FINEMENT MOULUS *

E. ILLY et L. RUZZIER
Illy & Hausbrandt, Trieste

Les exigences internes de l'industrie, relatives au contrôle du produit fini et à son emploi, ont attiré notre attention sur une des phases les plus délicates et les plus importantes de la manipulation du café torréfié au cours de la préparation d'un « espresso ». Il s'agit de la façon dont le café est moulu.

Dans le rapport de l'ingénieur BULLO (p. 395), le procédé d'expulsion d'une boisson a été examiné à fond et c'est pourquoi nous pouvons nous référer directement à la formule fondamentale qui représente dans sa totalité le procédé mentionné :

$$P_e = P_a + P_r + P_c$$

Nous avons déjà vu comment, parmi le grand nombre de quantités variables qui apparaissent dans la formule, certaines dépendent directement des caractéristiques de la machine (F , S_n , etc...), et d'autres au contraire dépendent seulement du préparateur (M , C_n , Q_n). Evidemment, dans la pratique quotidienne, seules ces dernières restent des quantités « variables » et présentent un intérêt réel.

Parmi celles-ci, nous avons estimé que la mouture avait une importance particulière.

En consultant la bibliographie, on constate que des études spécialisées ont déjà été faites dans le domaine des cafés moulus par le Coffee Brewing Institute (1), mais, en examinant les travaux d'autres chercheurs, nous apprenons aussi qu'en Amérique on a senti depuis longtemps la nécessité d'adopter un système standard d'analyse granulométrique.

Un tel système d'analyse est basé (après une phase de mélange minutieuse) sur la séparation granulométrique

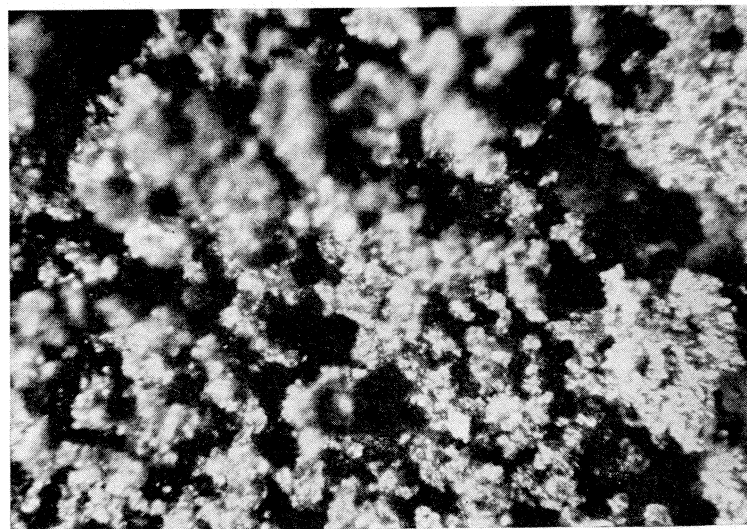
au moyen de tamis normaux, gradués de façon adéquate, dont les mailles carrées ont un calibre variant entre un maximum de 1,65 mm et un minimum de 0,59 mm. Mais ces dimensions sont telles qu'il est simplement impossible d'adopter une telle série de tamis pour analyser nos cafés très torréfiés et moulus très fin.

Cependant, même si toute la série de tamis était modifiée de façon à comporter des mailles de plus petits calibres, le système américain demeurerait inadéquat pour analyser les cafés moulus très fin. Les raisons en sont faciles à deviner :

1) En premier lieu, la surface du café torréfié à la manière italienne (avec une perte de poids de 20 % et une température finale du café de 230 °C) est huileuse, ce qui n'est pas le cas des cafés torréfiés légèrement, comme dans les pays nordiques et en Amérique (avec une perte de poids de 14 à 16 %).

Le fort pourcentage d'huiles en surface, en particulier dans le cas des cafés très torréfiés, tend à faire coller les poudres fines sur les particules les plus grosses, changeant ainsi les proportions réelles entre les différentes fractions granulométriques (comme on le voit sur la photo 1).

Photo 1. — Café moulu pour « espresso »
et pas encore déshuilé (agr. $\times 44$)



* Communication présentée en anglais.

(1) E. LOCKHART : « Analysis of coffee grinds ». The Coffee Brewing Institute, publication n° 32, avril 1958.

2) De plus, nos cafés sont moulus particulièrement fin, car ils sont destinés aux machines espresso, dans lesquelles, comme nous l'avons déjà vu, le gâteau de café moulu doit offrir une forte résistance au passage de l'eau afin de compenser la pression considérable. En conséquence, nos cafés moulus comprennent une partie de poudre qui représente plus de 50 % du poids total. Cette poudre obstrue rapidement les mailles du réseau métallique, modifiant ainsi le résultat et la sûreté du tamisage.

Après examen de la nature des inconvénients cités, il semble que le plus important soit le pourcentage élevé d'huiles recouvrant les particules. Pour y remédier, on a essayé d'analyser le café moulu après déshuilage et séchage.

Les résultats n'ont cependant pas été bons. En fait, si d'une part on a réussi à éliminer l'obstruction des mailles métalliques et la pesée d'une partie des poudres plus fines avec les particules plus grosses, d'autre part les particules isolées sont devenues beaucoup plus cassantes et étaient donc exceptionnellement sensibles tant au frottement du réseau métallique qu'aux heurts contre les parois et contre les autres particules.

Il en a donc résulté que la distribution granulométrique dépendait non seulement de la durée du tamisage, mais aussi du degré de déshuilage, du nombre et de l'amplitude des vibrations. C'est pourquoi cette méthode qui dépendait de trop de quantités variables a été écartée.

EXPÉRIENCES

Il s'ensuit de ce qui a été dit plus haut la nécessité de chercher une méthode efficace de séparation granulométrique, convenant au café moulu très fin.

Qualitativement, le problème a été facilement résolu par une sédimentation du café moulu dans la triéline et par une filtration lente.

La photographie (2) montre clairement comment la distribution granulométrique d'un café moulu italien (b) et de cafés étrangers (a) est fondamentalement différente.

La photographie (3) montre d'autre part combien la distribution granulométrique varie aussi entre nos cafés, moulus au même degré, torréfiés à des degrés différents : légèrement (a), normalement (b), fortement (c).

Photo 2. — Stratification densimétrique d'un café moulu pour « espresso » (b) et de cafés étrangers (a).

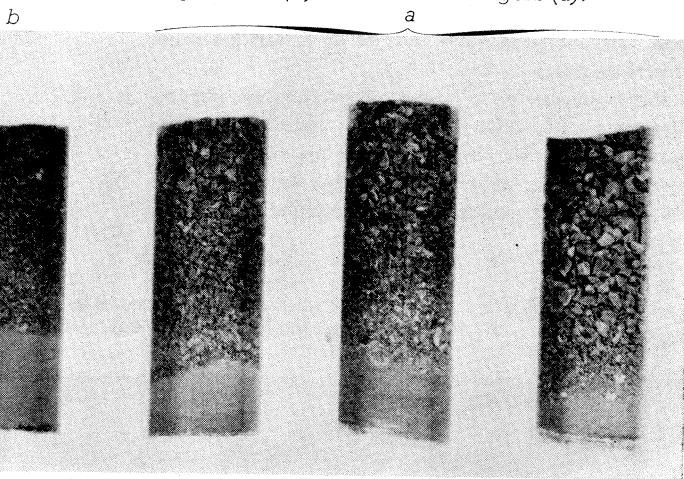
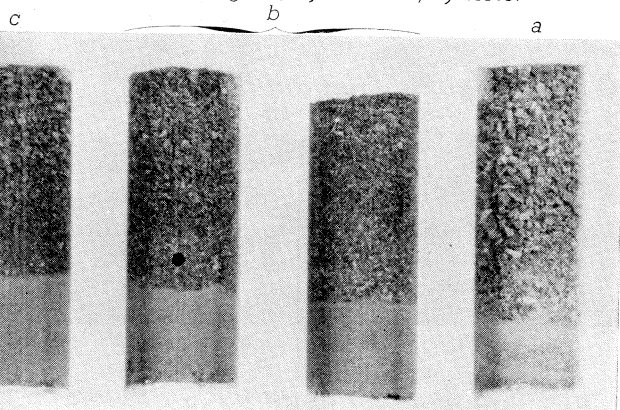


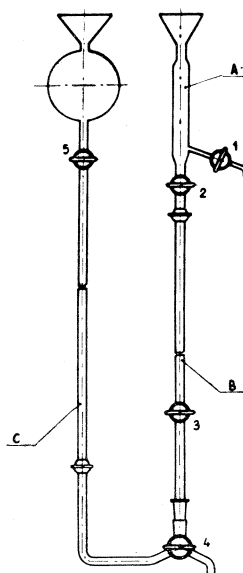
Photo 3. — Stratification densimétrique de cafés moulus pour « espresso » différemment torréfiés : a) torréfaction légère, b) normale, c) forte.



Quant au problème quantitatif, il a été résolu par la découverte d'une méthode d'analyse, qui est basée sur la séparation densimétrique des particules.

Description de l'appareil

L'appareil utilisé pour la séparation densimétrique est constitué par un tube en verre (B) dans lequel la répartition de la poudre par couches, au moyen de solutions de densités différentes, a lieu. Le tube (B) est relié à sa partie inférieure à une colonne de mercure (C), et à sa partie supérieure à un tube collecteur (A), pourvu d'une vidange latérale (graphique 1).



Graph. 1. — Appareil pour la séparation densimétrique.

Des solutions de trichlor-éthylène et d'acétone ont été mélangées dans des proportions différentes, afin d'obtenir des densités variant d'un maximum de 1,455 à un minimum de 0,798. Pour la plupart des analyses, des solutions de densité 1,455 — 1,236 — 1,017 — 0,798, avec une différence de densité de 0,2, ont été choisies. Les analyses ont été effectuées sur des échantillons de 0,5 g de café moulu, qui avaient été pesés avec précision avec une balance analytique.

Les expériences ont été faites régulièrement et de façon parallèle avec deux pesées et plus.

Méthode de travail

Dans le tube (B), contenant déjà 2 à 3 cm³ de mercure, on introduit 0,5 g de café qui vient d'être moulu et minutieusement mélangé. On ajoute 3 cm³ de triéline et on relie soigneusement le mercure du tube (C) avec le mercure du tube (B) en actionnant les robinets 3 et 4. De cette façon, l'air qui reste entre (B) et (C) passe dans la suspension de café et y produit un utile mélange. On ajoute encore 2 cm³ de triéline pour laver le tube et ensuite, toujours soigneusement et lentement, les autres solutions de densités régulièrement décroissantes. Ces opérations prennent en général 5 minutes environ. A la fin, on relie (A) et (B) et on laisse reposer la colonne de liquide pendant 5 minutes, afin d'achever la répartition en couches.

Tandis que le robinet 1 reste fermé, on fait monter le liquide lentement dans le tube (A), en actionnant le robinet 3, jusqu'à ce que la couche supérieure soit entièrement passée en (A) et que la couche suivante affleure juste sous le robinet 2. On ferme alors le robinet 3 et après 10 secondes le robinet 2, on ouvre le robinet 1 et on lave (A) avec le liquide qui a une densité correspondant à celle de la fraction granulométrique évacuée. Les fractions successives sont recueillies dans des capsules pesées exactement et, après avoir été séchées dans le four à 110 °C, sont pesées à nouveau.

Des traces de poudre impalpable peuvent facilement coller au tube B, créant des erreurs de calcul. Celles-ci sont cependant totalement éliminées, en vidant et en remplissant le tube de mercure (B) grâce aux robinets 3 et 4, et en lavant le tube lui-même avec de la triéline afin de recueillir les dernières traces de poudre collant aux parois.

Commentaires sur la méthode d'analyse

Afin d'être sûr de pouvoir reproduire les résultats, il est nécessaire :

- 1) de disposer d'un échantillon initial soigneusement prélevé et mélangé ;
- 2) d'employer à chaque fois la même durée pour chacune des phases de l'opération. En fait, la première action des liquides choisis pour la répartition en couches est de déshuiler le café, et il est évident que le degré de

déshuilage et donc le poids spécifique des particules sont directement fonction du temps.

On devrait de plus se souvenir que le degré d'imbibition du liquide dans les pores des particules est aussi fonction du temps et que le degré d'imbibition peut modifier d'une façon importante la distribution densimétrique.

Si les analyses sont faites soigneusement, le pourcentage du poids de la fraction pulvérulente peut être déduit par soustraction, sans comporter pratiquement d'erreurs importantes d'évaluation. En fait, les résultats (tableaux 1-7) de l'analyse que nous avons faite montrent que la somme des pourcentages en poids de toutes les fractions granulométriques comporte au plus une erreur d'environ $\pm 0,5\%$. Si la mouture a, au moment de l'analyse, une teneur en eau inférieure à 0,5 %, il n'est pas nécessaire de corriger les résultats, si les analyses, comme celles mentionnées plus haut, représentent le travail quotidien.

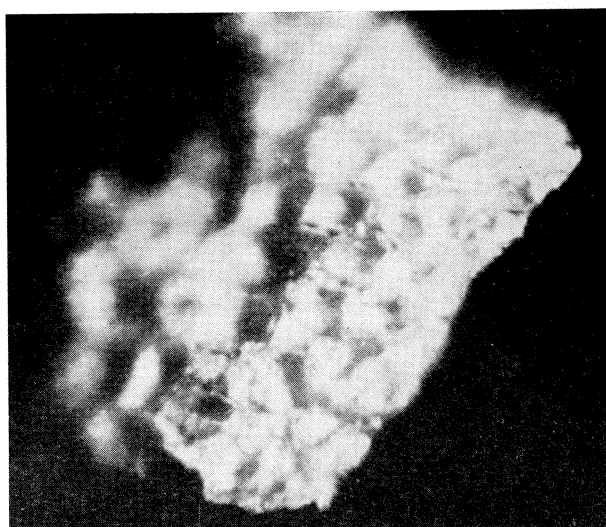
Les corrections deviennent au contraire nécessaires quand l'analyse doit être précise ou quand la teneur en eau se situe entre 0,5 et 1 %.

Pour des teneurs en eau supérieures, les résultats de l'analyse ne sont pas sûrs.

Interprétation de la méthode d'analyse

Notre curiosité est maintenant aiguisée et il nous faut trouver une explication acceptable et plausible de ce système d'analyse. L'expérience montre que la poudre la plus fine se dépose toujours dans le liquide ayant la densité la plus élevée ; que dans des liquides de densités régulièrement décroissantes les particules de dimensions croissantes se déposent jusqu'à ce que les plus grosses particules se rassemblent dans le liquide le plus léger. Comment expliquer ce phénomène ?

Photo 4. — Particule de café moulu et déshuilé (agr. $\times 125$).



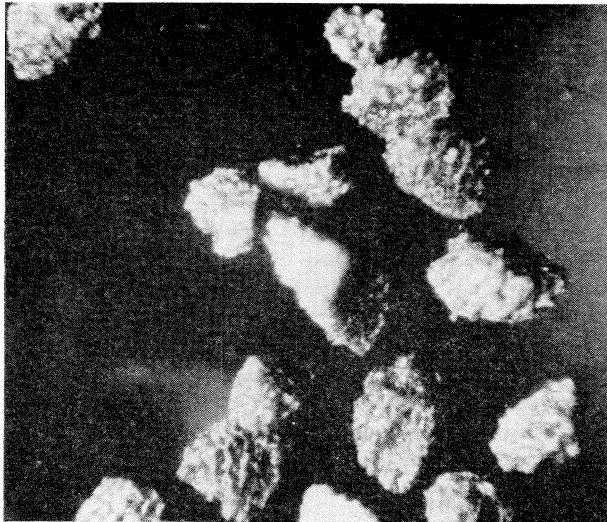


Photo 5. — Particules de café moulu isolées dans la fraction moyenne (agr. $\times 44$).

Nous suggérons l'hypothèse suivante :

On sait que, pendant la torréfaction, les grains de café subissent un accroissement considérable en volume, tandis qu'à l'intérieur du grain de profondes transformations chimiques ont lieu, qui se traduisent partiellement, en surface, par une perte sensible des substances volatiles. On sait aussi que le procédé de la torréfaction a pour résultat une diminution du poids et une augmentation de volume, qui entraînent une variation très sensible du poids spécifique « apparent ». Ces variations deviennent logiquement plus marquées lorsque le degré de torréfaction est plus élevé, et il est permis de penser qu'une modification de structure radicale a un rapport avec celles-ci.

En effet, le grain de café devient de plus en plus léger et poreux : les matières solides diminuent en volume et les « vides » augmentent (photo 4).

Il est évident que la mouture a un effet plus destructif sur le café très torréfié (qui est plus poreux) en le réduisant en particules plus petites. Les particules les plus grosses comportent un plus grand nombre de « vides » et il s'ensuit que leur poids spécifique « apparent » est considérablement réduit par rapport à celui des particules plus petites ou les plus petites, dans lesquelles les pores sont peu importants ou même inexistantes : dans ce cas limite, le poids spécifique « apparent » devrait correspondre au poids « réel » de la matière brute.

Le concept de la structure poreuse du grain étant accepté, les raisons pour lesquelles la méthode densimétrique que nous avons adoptée peut être utilisée en pratique pour connaître la distribution granulométrique d'un café moulu très fin deviennent évidentes. Une confirmation des faits mentionnés ci-dessus est donnée par l'analyse au microscope, qui montre comment les dimensions moyennes des particules de chaque fraction isolée sont suffisamment constantes (photo 5).

Pour chacune des quatre fractions, les dimensions sont respectivement de 750μ , 440μ , 310μ , $< 220 \mu$.

Nous parlons de dimensions moyennes, parce qu'en fait des pourcentages très faibles de particules plus petites ou plus grosses que la moyenne sont aussi présents dans chaque fraction.

Pour justifier ce fait, nous proposons deux explications :

1) La mouture a causé fortuitement une augmentation ou une diminution exceptionnelle des pores dans la particule ;

2) On sait que la nature chimique du grain de café n'est pas constante dans sa masse totale ; il est donc permis de penser, indépendamment de toute considération sur la structure poreuse, que pendant le procédé de torréfaction le poids spécifique « réel » subit de légères variations dans certaines zones du grain : ces variations sont compensées dans notre analyse par de petites variations de volume correspondantes.

A ce propos, observons qu'il sera particulièrement intéressant dans la pratique de préparer un café-boisson pour analyser la nature chimique des différentes fractions granulométriques et en particulier des fractions pulvérulentes, qui ont davantage tendance à être en suspension dans la boisson et qui influencent donc directement cette dernière. Une telle étude pourrait permettre de définir la localisation dans les fractions granulométriques des différentes sortes de substances qui constituent le café : les substances protéiques, phénoliques, sulfurées, etc...

Effet du degré de torréfaction

En ce qui concerne les paragraphes précédents, nous avons voulu démontrer par une série d'analyses comment le degré de torréfaction influençait la distribution granulométrique d'un café moulu très fin.

A cette fin, un moulin à café *, avec des lames coniques (du type Faema) et dont le degré de mouture a été maintenu constant, a été utilisé. Pour les essais, nous avons utilisé notre mélange habituel et les échantillons ont été classés selon le pourcentage de perte au feu total et l'indice leucométrique. Les données ont été rassemblées dans le tableau I et représentées sur le graphique 2.

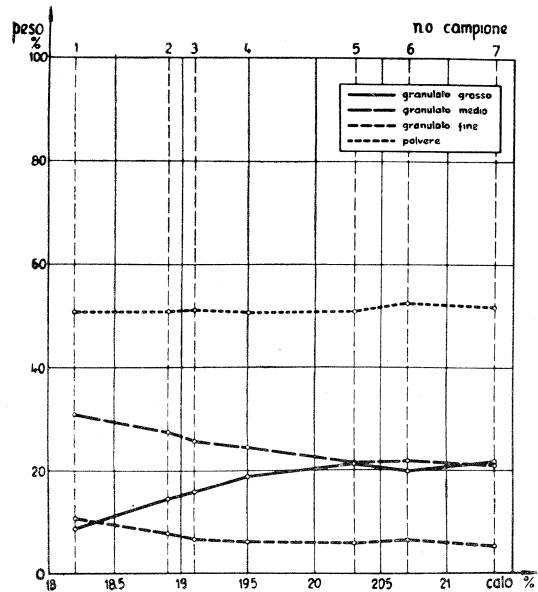
Le graphique montre que le degré de torréfaction ne fait pas varier les fractions « poudreuse » et « fine » dans lesquelles le pourcentage des pores est nul ou presque. Les différences sont au contraire sensibles pour les fractions « intermédiaire » et « à grosses particules » dans lesquelles les pores sont effectivement importants. Les variations sont grandes dans le cas d'une torréfaction légère, mais après un certain degré de torréfaction elles deviennent assez stables. A cet égard, il serait intéressant de mieux connaître les effets du

(*) Les caractéristiques de ce moulin sont données « in fine ».

TABLEAU I

Notre marque de café — Moulin à lames coniques

N° échantillon	* % perte en poids	Indice leucométrique	% en poids des fractions densimétriques				
			Gros	Moy.	Fin	Poudre	Total
1	18,2	—	8,43	30,49	10,66	50,44	100,02
2	18,9	56	14,15	27,62	7,40	50,68	99,85
3	19,1	51	16,13	25,82	6,80	51,00	99,75
4	19,5	43	19,12	24,28	6,03	50,73	100,16
5	20,3	33	21,58	21,52	6,04	50,94	100,08
6	20,7	30	19,78	21,8	6,50	52,30	100,38
7	21,4	24	21,80	21,23	5,29	51,87	100,19

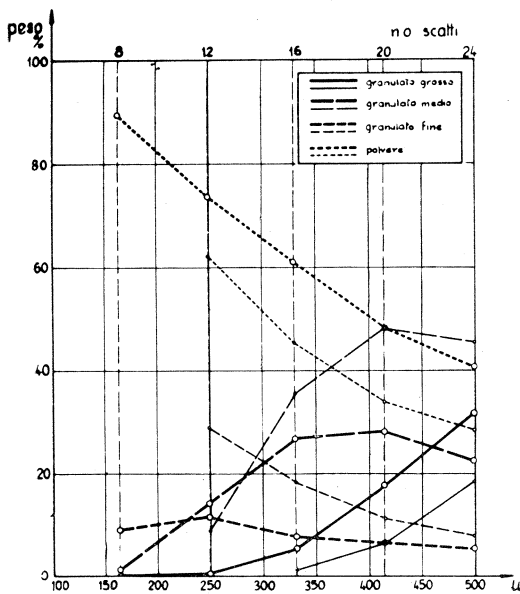


Graph. 2. — Influence du degré de torréfaction sur une mouture « Faema ».

→ n° des échantillons.
↑ poids % → pertes en poids %.

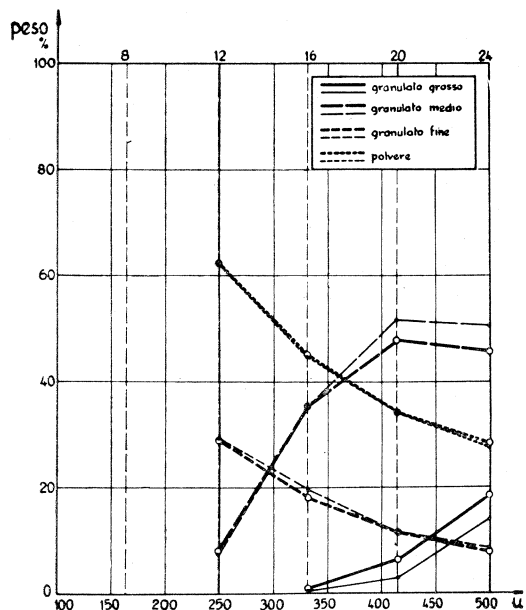
TABLEAU II-III. — Colombie, Medellin excelso — Moulin à lames plates

N° de la graduation du moulin	Distance des lames en μ	$U_{\text{grains}} = 0,65\% - U_{\text{moulu}} = 0,7\%$					$U_{\text{grains}} = 8,5\% - U_{\text{moulu}} = 0,2\%$				
		% en poids des fractions densimétriques					% en poids des fractions densimétriques				
		Gros	Moyen	Fin	Poudre	Total	Gros	Moyen	Fin	Poudre	Total
8	166,4	0,12	1,26	9,04	89,52	99,94	—	—	—	—	—
12	249,6	0,35	14,26	11,72	73,50	99,83	—	8,80	28,80	62,3	99,9
16	332,8	5,24	26,70	7,63	60,80	100,37	1,23	35,68	18,12	45,08	100,11
20	416,0	17,64	28,28	6,54	47,86	100,32	6,70	47,92	11,48	33,93	99,93
24	499,2	31,59	22,36	5,35	40,60	99,90	18,72	45,30	7,96	28,52	100,50



Graph. 3. — Influence de la teneur en eau des grains de café sur une mouture « Cimbali ».

— Colombie avec $U = 0,65\%$.
— Colombie avec $U = 8,5\%$.
→ n° de la graduation du moulin.
↑ poids % → distance des lames en μ .



Graph. 4. — Influence de la teneur en eau du café moulu « Cimbali ».

— mouture avec $U = 0,2\%$.
— mouture avec $U = 5\%$.
→ n° de la graduation du moulin.
↑ poids % → distance des lames en μ .

TABLEAU III-IV

Colombie, Medellin excelso — Moulin à lames plates

N ^o de la graduation du moulin	Distance des lames en μ	$U_{\text{grains}} = 8,5\% - U_{\text{moulu}} = 0,2\%$					$U_{\text{grains}} = 8,5\% - U_{\text{moulu}} = 5\%$						
		% en poids des fractions densimétriques					% U_{moulu}	% en poids des fractions densimétriques					
		Gros	Moyen	Fin	Poudre	Total		Gros	Moyen	Fin	Poudre	Total	
8	166,4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
12	249,6	—	8,80	28,80	62,3	99,9	4,7	—	7,55	29,94	62,43	99,92	—
16	332,8	1,23	35,68	18,12	45,08	100,11	5	—	35,48	19,55	44,53	100,15	—
20	416,0	6,70	47,92	11,48	33,83	99,93	4,3	3,10	51,36	11,40	34,10	99,96	—
24	499,2	18,72	45,30	7,96	28,52	100,50	4,8	14,14	50,26	8,30	27,29	99,99	—

pourcentage de pertes en poids et de l'accroissement en volume des cafés plus ou moins torréfiés. En effet, il est probable qu'en tenant compte du coefficient de l'accroissement en volume on réussirait à trouver une relation assez simple entre la porosité des grains de café et la distribution granulométrique de la mouture.

Effet de l'humidité

L'analyse a été faite avec un Colombie, Medellin excelso, moulu, afin de contrôler les variations de la distribution granulométrique du café moulu en fonction de la teneur en eau du café et des différents degrés de mouture.

Pour les premières séries de mesures, nous avons utilisé un Colombie torréfié avec une teneur en eau de 0,65 %.

Pour les secondes séries de mesures, le même café a été trempé dans de l'eau distillée et laissé en attente pendant 24 heures, afin de rendre uniforme le degré d'humidité ($U = 8,5\%$). Le café a ensuite été moulu et séché dans le four à 150 °C ($U = 0,2\%$ d'humidité).

Pour ces essais, nous avons utilisé un moulin avec des lames plates (type Cimballi). Le premier prélèvement a été fait après avoir entendu 8 bruits secs (clic) au point de contact des lames. D'autres prélèvements ont été faits à un intervalle régulier de 4 « clics ». En tenant compte de l'avancement et du nombre total de « clics » à chaque tour du support de la lame fixe, nous avons calculé la distance entre les lames en μ , en multipliant le nombre de « clics » par l'avance moyenne du support à chaque « clic ».

Les analyses ont fourni les données des tableaux II et III, reportées sur le graphique 3. En abscisse, les distances des lames sont indiquées en μ et en ordonnée sont donnés les pourcentages en poids des fractions granulaires.

Il est évident que la distribution granulométrique est complètement différente, selon que la poudre provient d'un café à faible teneur en eau (0,65 %), ou à teneur élevée (8,5 %).

En général, il s'ensuit que la poudre provenant d'un café trempé dans l'eau comprend un poids moindre de particules pulvérulentes et de grosses particules, tandis que le poids des autres fractions (et en particulier la fraction intermédiaire) a sensiblement augmenté, et ceci est logique puisqu'un café humide est certainement moins cassant qu'un café sec.

Nous avons fait quelques mesures sur le Colombie moulu d'une teneur en eau de 8,5 %, mais seulement séché en partie avant l'analyse ; sa teneur en eau était de 5 %. Le graphique obtenu et comparé au précédent (3) montre clairement que la répartition en couches n'est pas régulière, en particulier pour les grosses particules moyennes.

Les premières, qui devaient se fractionner dans le liquide de densité 0,798, sont plus lourdes à cause de leur teneur en eau, et se rassemblent dans le liquide de densité 1,01.

Cet exemple montre la nécessité de travailler toujours sur des moutures de faibles teneurs en eau.

Effet des lames coniques et plates

Les mesures qui ont été faites sur le café de Colombie ont été répétées sur des moutures d'un café de notre marque, qui se compose d'un mélange de différentes sortes d'Arabica. Les données sont rassemblées dans le tableau V et le graphique 5.

Si on compare les graphiques 3 et 5, on constate qu'ils montrent les mêmes caractéristiques.

Le problème se pose à partir de ces connaissances de comparer les moutures obtenues avec les lames plates (du type Cimballi) avec celles obtenues avec les lames coniques (du type Faema). Comme mesure de référence, le même café provenant du même lot a encore été employé. Les prélèvements ont été faits (comme pour le Cimballi) en tenant compte du nombre de « clics » émis par les lames rotatives entrant en contact les unes avec les autres.

TABLEAU V-VI

Notre marque de café

$$U_{\text{grains}} = 0,48 \% - U_{\text{moulu}} = 0,5 \%$$

N° de la graduation	Distance des lames en μ	% en poids des fractions densimétriques				
		Gros	Moyen	Fin	Poudre	Total
Lames plates (du type Cimballi)						
8	166,4	—	1,56	8,82	89,90	100,28
12	249,6	0,52	14,06	10,50	75,32	100,40
16	332,8	5,75	25,64	7,85	60,58	99,82
18	374,4	11,80	24,98	6,86	56,65	100,29
20	416,0	18,26	25,15	6,50	50,44	100,35
24	499,2	45,94	16,05	5,20	33,12	100,31
Lames coniques (du type Faema)						
16	168,1	1,56	17,48	13,65	67,62	100,31
24	252,1	17,32	25,60	6,74	50,52	100,18
28	294,2	24,18	24,07	5,72	45,80	99,77
32	336,2	32,92	21,92	5,13	40,09	100,03
40	420,2	42,90	16,62	4,64	36,23	100,39
48	504,3	52,12	14,00	4,10	29,94	100,16

En ce qui concerne les lames coniques, nous n'avons pas tenu compte dans le calcul des distances axiales p des lames, mais de leur distance réelle d. Puisque la conicité des lames femelles est de 18°, la distance réelle d a été calculée par la formule : $d = p \sin 18^\circ$.

Les résultats sont reportés dans le tableau VI et le graphique 6, et il est intéressant de comparer ce graphique avec le graphique 5.

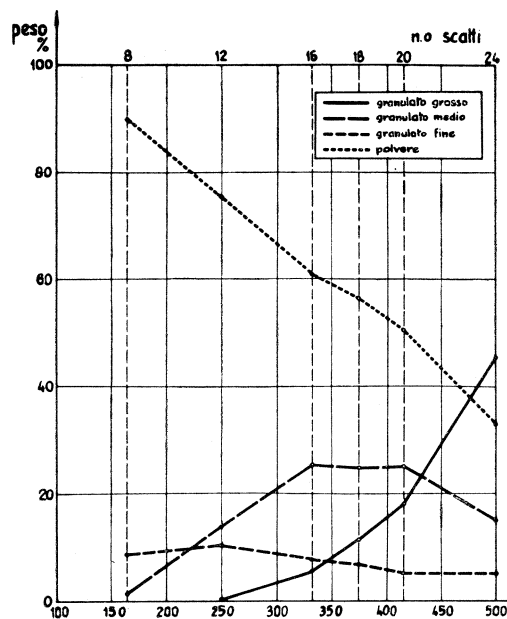
Comme on pouvait le prévoir, la distribution granulométrique différente des moutures provenant des deux types de lames est évidente.

Les lames plates du type Cimballi, quand elles sont très près, ne permettent pas la sortie des particules plus grosses que la distance des lames : c'est pourquoi, jusqu'à un certain degré de mouture, nous remarquons que la fraction grossière manque totalement et qu'au contraire la fraction pulvérulente domine. Ensuite, avec l'augmentation de la distance entre les lames, les fractions grosses et moyennes augmentent et la poudre diminue.

Pour les moulins du type Faema, la situation est très différente, puisque les deux lames (mâle et femelle) sont différemment rainées, et il est possible qu'au début les plus grosses particules puissent passer, même si cette possibilité est faible comme l'a montré l'analyse.

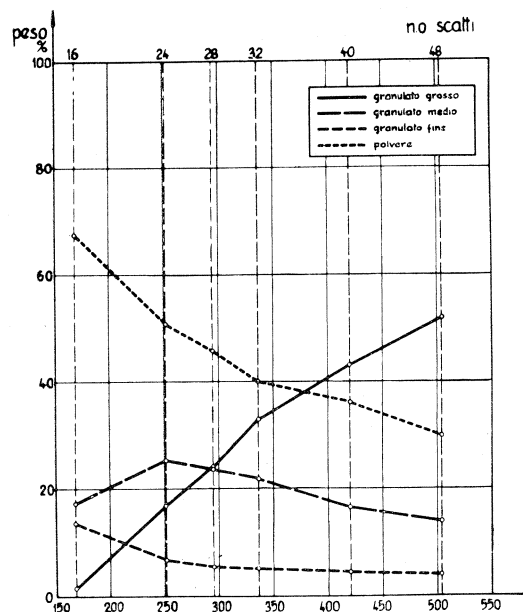
Comparaison entre les moutures correspondant aux cafés-boissons optima

Après avoir démontré par ces séries de mesures que chaque moulin a une action caractéristique différente,



Graph. 5. — Influence du degré de mouture « Cimballi »

→ n° de la graduation du moulin.
 ↑ poids % → distance des lames en μ .



Graph. 6. — Influence du degré de mouture « Faema ».

→ n° de la graduation du moulin.
 ↑ poids % → distance des lames en μ .

nous désirons connaître leur influence pratique pendant le procédé de préparation de la boisson.

A cette fin, nous avons choisi un groupe « Caggia », que nous avons modifié pour permettre des mesures toujours vérifiables et répétables. Pour presser le gâteau, un appareil expérimental a été utilisé.

Les essais ont été faits parallèlement sur des boissons préparées avec des moutures « Faema » et « Cimbali », en changeant à chaque fois le degré de mouture et la pression du gâteau. En ce qui concerne les 2 boissons optimales, nous avons fait une analyse densimétrique des deux moutures.

Le degré de mouture optimal pour les deux séries a montré que la distance était de 373 μ pour les lames plates et de 320 μ pour les lames coniques, confirmant ce que nous avons déjà observé, en particulier que la distribution granulométrique est influencée non seulement par la distance entre les lames mais aussi par leurs rainures différentes et par la vitesse de rotation. Les analyses préliminaires (avec la répartition habituelle en 4 couches) ont donné, à notre surprise, des résultats pratiquement identiques. Puisque les deux boissons (jugées les meilleures en ce qui concerne les deux séries d'échantillons) avaient un arôme et une persistance de goût différents, nous avons pensé qu'il était utile de répéter les analyses en employant des moutures plus fines.

En supposant que la différence de persistance du goût puisse dépendre du fait que les particules plus petites passent dans la boisson pendant l'expulsion, nous avons attaché une attention particulière à la fraction pulvérulente.

A cette fin, nous avons utilisé une solution de poids spécifique différent de 0,05 seulement.

Les poids obtenus étaient égaux d'une façon surprenante. Il n'y a que les fractions collectées dans les solutions de densités la plus faible et la plus élevée qui aient montré des différences très petites. Par l'analyse granulométrique, nous ne pouvons pas expliquer ni justifier les différences d'arôme et de persistance de goût. Nous avons établi les résultats suivants :

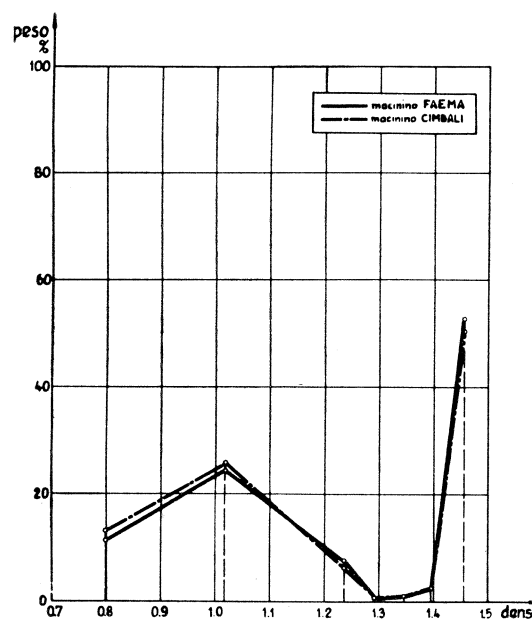
En travaillant à une pression au bouilleur de 1 à 1,1 atm., nous avons obtenu la meilleure boisson avec un temps normal d'expulsion de 40 à 45 sec., pour 70 cm³, seulement lorsque le gâteau a été pressé à une pression, pour les deux moutures, de 1,5 atm.

Les pressions différentes exercées sur le gâteau de différentes moutures ont donné des boissons moins aromatisées et à persistance de goût moindre. Avec l'essai de dégustation, nous avons montré que le rendement maximum de qualité était obtenu dans des conditions d'expérience identiques et quand le degré de mouture produisait des échantillons de distribution granulométrique égale.

Nous espérons avoir montré par ces expériences l'importance considérable du degré de mouture dans la préparation de boissons de bonne qualité.

TABLEAU VII
Notre marque de café

Poids spécifique de la solution	% en poids des fractions densimétriques		Dimensions moyennes des particules en μ
	Lames		
	Plates	Coniques	
0,798	13,14	11,60	755
1,017	26,00	24,32	440
1,236	6,35	7,41	310
1,291	0,71	0,82	220
1,345	1,08	1,04	180
1,395	2,57	2,49	130
1,455	50,38	52,48	130



Graph. 7. — Densité des deux boissons optimales correspondant aux moutures « Faema » et « Cimbali ».

— mouture « Faema ».
- - mouture « Cimbali ».
↑ poids % → densité.

APPAREIL ET MATÉRIEL

1) Moulin :

— à lames plates (du type Cimballi)
 hauteur : 1 mm
 48 clics pour un tour complet
 avance axiale pour un clic : 0,0208 mm
 TPM : 1440
 expulsion du café moulu par effet centrifuge

— à lames coniques (du type Faema)

hauteur : 1,5 mm
 44 clics pour un tour complet
 avance axiale pour 1 clic : 0,034 mm
 « distance utile » pour 1 « clic » : 0,0105 mm
 TPM : 446
 expulsion du café moulu par gravité

2) Café : torréfié par un torréfacteur industriel à charbon ; température moyenne de la fumée : 235°.

Sortes de café	n° échantillon	Température minimum ° C de la charge	Température maximum ° C de la charge	Temps total de la torréfaction	Perte totale %	Indice leucométrique
Colombie		117°	233°	21'	20,3	40
Notre marque	1	105°	225°	18'30"	18,2	—
	2	112°	226°	19'	18,9	56
	3	120°	227°	19'	19,1	51
	4	115°	230°	20'30"	19,5	43
	5	108°	235°	23'	20,3	32
	6	119°	235°	23'	20,7	30
	7	112°	238°	23'30"	21,4	24
	8	110°	231°	20'	19,5	41

ILLY (E.), RUZZIER (L.). — **Analyse de cafés fortement torréfiés et finement moulus.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22] mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 385-394, fig.

La préparation de « l'espresso » italien exige un café très torréfié et moulu très fin. La qualité de la boisson obtenue dépend de nombreux facteurs, dont quelques-uns seulement peuvent être directement contrôlés par le préparateur.

Un de ces facteurs (et peut-être le principal) est le degré de mouture du café. C'est pourquoi il est nécessaire, en ce qui nous concerne, de trouver un système d'analyse afin de définir la qualité d'un café moulu très fin pour connaître sa distribution granulométrique.

A cette fin, une méthode d'analyse de type densimétrique a été établie.

Ce système a montré, toujours dans le domaine de la mouture fine naturellement, combien le système granulométrique dépend surtout du degré de torréfaction, de la teneur en eau et du type de lames employées (plates ou coniques).

ILLY (R.), RUZZIER (L.). — **Analysis of well-roasted and fine-ground coffee.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 385-394, fig.

The preparation of Italian « espresso » calls for well-roasted and fine-ground coffee. The quality of the beverage obtained depends upon a number of fac-

ILLY (E.), RUZZIER (L.). — **Analyse der stark gerösteten und fein gemahlten Kaffeesorten.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 385-394, fig.

Die Vorbereitung des italienischen « Espresso » erfordert einen stark gerösteten und sehr fein gemahlten Kaffee. Die Qualität des erhaltenen Getränkes hängt von mehreren Faktoren

ILLY (E.), RUZZIER (L.). — **Análisis de cafés muy tostados y finamente molidos.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 385-394, fig.

Para preparar el « espresso » italiano se necesita café muy tostado y hecho polvo fino. La calidad de la bebida depende de numerosos factores entre los cuales unos pocos solamente pueden

tors only a few of which can be influenced directly by the actual preparer.

One of these factors (possibly the outstanding one) is the degree of grinding. Hence the need, so far as we are concerned, for a system of analysis in order to ascertain the quality of very finely ground coffee with a view to learning its granulometric distribution.

For this purpose a densimetrical method of analysis has been established.

This system has revealed, within the compass of fine grinding to be sure, to what a large extent the granulometric system relies on the extent of roasting, the water content and the kind of blades employed (flat or conical)

ab, unter denen nur einige durch den Zubereiter unmittelbar kontrolliert werden können.

Einer dieser Faktoren (und vielleicht der Hauptfaktor) ist der Vermahlungsgrad des Kaffees. Deswegen ist es nötig, was uns betrifft, ein Analysenverfahren zur Bestimmung der Qualität eines sehr fein gemahlenen Kaffees zu finden, um seine granulometrische Verteilung zu erfahren.

Zu diesem Zweck wurde eine der Dichtemessungsanalyse ähnliche Methode ausgearbeitet.

Was das feine Mahlgut betrifft, so hat dieses System bewiesen, dass die granulometrische Methode überhaupt von dem Röstungsgrad, dem Wassergehalt und den (flachen oder kegelförmigen) Schneideinstrumenten abhängt.

ser directamente controlados por el preparador.

Uno de dichos factores (tal vez el más importante) es el grado de molienda del café. Por eso es necesario hallar un sistema de análisis para definir la calidad de un café hecho polvo fino y conocer su distribución granulométrica.

Para este fin se ha desarrollado un método de análisis de tipo densimétrico.

Esta técnica ha mostrado, siempre en lo tocante al café finamente molido como el sistema granulométrico depende sobre todo del grado de tostadura, del contenido de agua y del tipo de cuchillas utilizadas (llanas o cónicas).



CONSIDÉRATIONS SUR LE PROCÉDÉ D'EXTRACTION *

(préparation de la boisson)

E. ILLY et T. BULLO
Illy & Hausbrandt, Trieste

I. Loi de l'expulsion

Un café-boisson, mis à part le cas du café moulu soluble par mélange direct dans l'eau (café turc), est toujours préparé (quel que soit le type de machine employé) en faisant passer une certaine quantité d'eau, dotée de certaines caractéristiques (dureté, température, pression), à travers un gâteau de café moulu, qui possède lui aussi certaines caractéristiques, contenu dans un récipient avec un fond à trous multiples (filtre).

Les éléments fondamentaux de l'unité d'extraction d'une machine quelle qu'elle soit sont donc au nombre de trois, dans l'ordre suivant :

1. — Eau pour l'extraction,
2. — Gâteau de café moulu,
3. — Filtre.

Les caractéristiques de la boisson obtenue, considérée comme une solution, une suspension et une émulsion dans l'eau, dépendent de celles des trois éléments mentionnés ci-dessus, qui sont aussi fonction d'un nombre considérable de quantités variables à action conjuguée.

La détermination des différentes interactions causales entre les différentes quantités variables est très importante en ce qui concerne la recherche de la boisson optimale, afin de trouver quelles variables influencent le travail du torrificateur et celui du cafetier ; ceux-ci sont tous les deux responsables du but final : une tasse de bon café.

La relation fondamentale, à laquelle on peut rapporter

toutes les autres, est celle « de l'expulsion », qui est obtenue en appliquant la loi de Bernoulli aux deux extrémités du circuit hydraulique (chambre, gâteau, filtre).

Facteurs de la relation :

P_e = pression motrice = pression de l'eau dans la chambre en kg/cm^2 ;

P_r = chute de pression due à la résistance dans le circuit en kg/cm^2 ;

P_c = chute de la pression cinétique en kg/cm^2 ;

P_a = pression atmosphérique en kg/cm^2 .

Nous obtenons la loi de « l'expulsion » suivante :

$$(1) P_e = P_r + P_c + P_a$$

On sait que la variable cinétique peut être exprimée de la façon suivante :

$$(2) P_c = \gamma \frac{v^2}{2g}$$

avec :

γ = poids spécifique du liquide en kg/cm^3 ,

v = vitesse de sortie du liquide du circuit (par le tube) en m/sec .

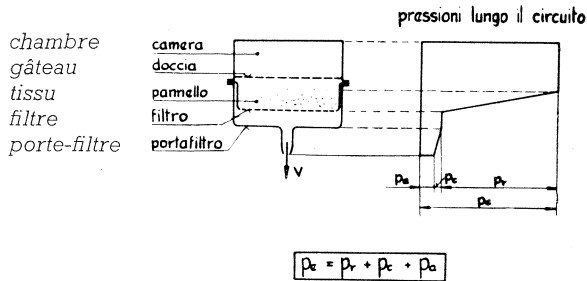
De plus, la résistance peut être exprimée en fonction de γ et de c (coefficient de résistance du circuit en cm) par :

$$P_r = c\gamma$$

Les résistances sont localisées dans le filtre et dans le gâteau comme nous le verrons.

* Communication présentée en anglais.

pression dans le circuit



- P_e = pression motrice
- P_r = chute de pression due à la résistance du circuit ($c\gamma$)
- P_c = chute de la pression cinétique $\left(\frac{V^2}{2g} \gamma\right)$
- P_a = pression atmosphérique.

II. Quelques observations sur la loi de l'expulsion

Il est intéressant de remarquer que :

- a) la pression motrice P_e dépend du type de machine utilisée et peut toujours être réglée par le préparateur, tout au moins dans une certaine mesure ;
- b) la pression atmosphérique P_a est évidemment donnée ;
- c) la chute de pression P_r due à la résistance dépend du filtre et du gâteau, c'est pourquoi elle peut dépendre soit du barman qui a la faculté de choisir un filtre et qui moule le café et prépare le gâteau en le pressant, soit du torréfacteur, si celui-ci fournit le café moulu ;
- d) la chute de la pression cinétique P_c est le résultat des trois autres pressions et dépend donc indirectement du préparateur.

Ceci étant établi, nous estimons que, pour utiliser le café et la machine correctement afin d'obtenir la qualité optimum, il faut que le préparateur et finalement le torréfacteur règlent l'appareil et le moulin de telle façon qu'une condition prédéterminée optimale soit respectée.

Avec la loi de « l'expulsion », il est très facile pratiquement de faire le réglage dans chaque cas.

Sans entrer dans les détails, puisque la pression cinétique est le résultat des autres et que la vitesse de passage de l'eau en dépend, nous indiquerons que la donnée de référence fondamentale sera facilement mesurable : temps pendant lequel une certaine quantité d'eau, ayant une certaine température, doit passer à travers une certaine quantité de café.

Etant donné que nous ne pouvons guère faire varier les autres facteurs, il s'ensuit que l'on devrait modifier la chute de pression P_r due à la résistance en choisissant un filtre adéquat et surtout la mouture et la pression afin de respecter le temps total du passage de l'eau.

En ce qui concerne « l'espresso » italien, par exemple, qui est obtenu dans un appareil à pression d'eau, nous avons établi les données suivantes qui servent de règle aux employés de nos services techniques :

- quantité d'eau pour deux doses... 80 cm³
- température de l'eau..... 90 à 94 °C
- quantité de café moulu pour deux doses 13 g
- temps total de l'extraction..... 40 sec.

III. Résistance du filtre et du gâteau

Bien qu'une analyse plus complète du facteur P_e (pression motrice) puisse être intéressante pour les fabricants de machines, nous pensons qu'il serait plus utile d'ajouter quelques mots sur les facteurs qui influencent la résistance du filtre et surtout celle du gâteau qui est un des facteurs sur lequel on peut facilement agir en réglant de façon adéquate le degré de mouture. L'importance de cette variable deviendra ainsi plus évidente, de même que la nécessité d'une méthode standard permettant de la déterminer, comme il le sera démontré dans un autre exposé.

La résistance totale $P_r = c\gamma$ est obtenue en ajoutant deux facteurs :

- résistance du filtre = $c_f\gamma$
- résistance du gâteau = $c_p\gamma$

- c_f étant le coefficient de résistance du filtre,
- c_p étant le coefficient de résistance du gâteau.

Puisque nous pouvons considérer que le poids spécifique γ de la boisson est constant, la résistance dépend donc seulement des coefficients.

En ce qui concerne c_f nous avons la fonction suivante :

$$(3) \quad c_f = f\left(\frac{1}{S_n} \cdot F \cdot K_{fT}\right) h = f(Q_n, F)$$

Etant donné ceci, le coefficient de résistance du filtre :

- dépend de la forme F du filtre,
- est inversement proportionnel à la section totale des trous (Sn),
- dépend des caractéristiques de la boisson K_t à la température t et au temps T.

De la relation (3), nous pouvons faire différentes déductions.

Par exemple :

- un filtre avec un petit nombre de trous à petite section crée une grande résistance et par conséquent contribue à accroître le temps de passage de l'eau ;
- la hauteur h du gâteau dépend, pour un même poids, de la forme F du filtre. Par exemple, avec un filtre conique, la hauteur du gâteau est plus grande qu'avec un filtre cylindrique.

En ce qui concerne c_p nous obtenons la fonction :

$$(4) c_p = f \left(h, K_t T, \frac{1}{P_T} \right)$$

Le coefficient de résistance du gâteau dépend donc :

- de la hauteur h du gâteau,
- des caractéristiques du fluide K_{tT} ,
- de la porosité structurale du gâteau au temps T.

On peut déduire de ces résultats :

- qu'un gâteau très haut crée une grande résistance,
- qu'un gâteau avec une faible porosité structurale crée aussi beaucoup de résistance, de telle sorte que dans les deux cas, le café-boisson tend à passer lentement.

Finalement, nous avons la relation fondamentale qui montre quelles sont les variables qui influencent la porosité structurale P_T :

$$(5) P_T = f_1 \left(M, \frac{1}{C_n} \cdot \frac{1}{U_2} \right) + f_2(Q)$$

avec (5 bis) $M = \left(\frac{1}{U_1} \cdot G \cdot Q \right)$

La porosité structurale P_T du gâteau au temps T montre comment la résistance du gâteau varie pendant le procédé d'extraction, du fait des modifications de structure se produisant dans le gâteau lui-même.

Le premier terme de la formule (5) dépend :

- du degré de mouture M, qui est inversement proportionnel à la teneur en eau (en pour cent) des grains de café et réciproquement proportionnel au degré de torréfaction G et fonction de la qualité Q du café ; c'est-à-dire que, dans des conditions semblables, on obtient une mouture plus fine pour les cafés secs et plus torréfiés ;

— du degré de pression C_n du gâteau, en « n » couches, en kg/cm^2 ;

En général, au bar, le gâteau est pressé en une seule couche, c'est-à-dire que le filtre est rempli complètement en totalité et qu'il est pressé ensuite à une pression qui devrait atteindre 1,5 à 2 kg/cm^2 .

La porosité structurale est inversement proportionnelle au degré de pression, c'est pourquoi un gâteau pressé très fort crée une résistance considérable et, selon la loi de l'expulsion, a pour résultat de faire passer le café-boisson lentement ;

— de l'humidité U_2 , en pour cent du café moulu ; il lui est inversement proportionnel, c'est-à-dire que lorsque la mouture est humide elle est peu poreuse et par suite le gâteau présente une forte résistance.

Enfin, le premier terme de la formule (5) représente la porosité structurale initiale du gâteau sec et montre qu'elle dépend du préparateur et aussi du torréfacteur, si celui-ci fournit du café moulu.

Considérons ensuite la formule :

$$(6) K_{tT} = f(\gamma, wt, i_s)$$

$$(6 bis) i_s = f(s, g)$$

La première formule définit les caractéristiques de la boisson qui dépendent :

- du poids spécifique γ ,
- de la viscosité du liquide wt à la température t,
- de l'indice d'écume i_s , ou de la tendance du liquide à former de l'écume, élément qui est considéré comme important (au moins par le public italien) pour l'aspect de la tasse de café.

Cet indice dépend de la tension s de surface et de la teneur en gaz g du gâteau.

IV. Conclusions

Les relations fonctionnelles exposées donnent une description complète de l'interaction des quantités variables dont dépend le procédé d'extraction et il est possible grâce à ces variables d'amener ce procédé à une condition optimum.

Lorsqu'on examine les relations, il apparaît évident que la possibilité d'influencer la plus grande partie des variables est limitée ou même inexistante ; en particulier, toutes celles qui dépendent du choix de la qualité du café et de l'appareil dont on dispose. D'autres variables (comme le poids) sont limitées par des considérations de caractère économique. C'est pourquoi la liberté possible et la plus adéquate du réglage est liée au groupe de variables concernant la préparation du gâteau ; parmi celles-ci, les plus significatives sont le degré de pression et en particulier le degré de mouture.

DISCUSSION

M. SMITH Dans quelle mesure l'arôme du café espresso diffère-t-il de celui des autres cafés ? Est-ce dû à la température plus élevée de l'extraction ou à la plus forte torréfaction ?

— M. ILLY : la différence de goût dépend de plusieurs facteurs. L'extraction n'est pas trop poussée, le goût étant moins agréable lorsque celle-ci dépasse 25-26 %. Parmi les facteurs ayant une influence sur la différence de goût, on peut citer : le taux d'extraction, la présence d'huile en émulsion dans la préparation espresso, la température de l'eau, la présence de particules en suspension, le fractionnement au moment de la mouture.

M. PAARDEKOOPER : par « degré de mouture » vous entendez peut-être aussi distribution de la taille des particules ?

BULLO (T.), ILLY (E.). — **Considérations sur le procédé d'extraction (préparation de la boisson).** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct. déc. 1963, p. 395-399, fig.

Les caractéristiques de la boisson obtenue, toujours préparée en faisant passer une quantité d'eau à travers un gâteau de café moulu, dépendent de l'eau d'extraction, du gâteau de café moulu, du filtre.

La relation fondamentale de l'expulsion est obtenue en appliquant la loi de Bernouilli aux deux extrémités du circuit hydraulique (chambre, gâteau, filtre).

On remarque que la pression motrice dépend du type de machine utilisée, que la pression atmosphérique est donnée, que la chute de pression dépend de la résistance du filtre et du gâteau. On constate qu'il n'y a que la chute de pression due à la résistance qui puisse être modifiée, en choisissant un filtre adéquat, la mouture et la pression, afin de respecter le temps total de passage de l'eau.

La résistance du filtre dépend de sa forme, est inversement proportionnelle à la section des trous et dépend des caractéristiques de la boisson.

La résistance du gâteau dépend de sa hauteur, de sa porosité et des caractéristiques du fluide. La porosité varie pendant l'extraction du fait des modifications de structure. Elle dépend du degré de mouture et de pression, de l'humidité du café moulu.

Lorsqu'on examine ces variables, il apparaît que la possibilité d'influencer la plus grande partie d'entre elles est limitée ou même inexistante. Les variables sur lesquelles on peut le plus facilement agir sont le degré de pression et de mouture.

BULLO (T.), ILLY (E.). — **Notes on the extraction process (Beverage preparation).** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 395-399, fig.

The features of the beverage obtained by filtering water through a cake of ground coffee depend on the water employed, the ground-coffee cake and the filtering process itself.

The basic outlet ratio is obtained by applying Bernouilli's Law to both ends of the water circuit (chamber, cake, filter).

It will be remarked that the motor pressure depends on the type of apparatus employed, that the atmospheric pressure is given and that the fall in

BULLO (T.), ILLY (E.). — **Betrachtungen über das Extraktionsverfahren (Vorbereitung des Getränkes).** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 395-399, fig.

Die Eigenschaften des Getränkes, dass man immer noch beim Durchlaufen einer Wassermenge durch einen Kuchen von gemahlenem Kaffee erhält, hängen von dem Extraktionswasser, dem Kaffeekuchen und dem Filter ab.

Die Grundgleichung des Abflusses wird bei der Anwendung des Bernouillischen Gesetzes an den beiden Enden des hydraulischen Kreises (Kammer, Kaffeekuchen und Filter) erhalten.

Man stellt fest, dass die treibende Kraft von der angewandten Maschine abhängt, der Luftdruck gegeben ist und die Druckverminderung von dem Filter-

BULLO (T.), ILLY (E.). — **Consideraciones sobre la técnica de extracción (Preparación de la bebida).** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 395-399, fig.

Las características de la bebida obtenida, siempre preparada haciendo pasar una cantidad determinada de agua a través de una masa de café molido, dependen del agua de extracción, de la masa de café molido, del filtro.

La relación básica de la expulsión se obtiene aplicando la ley de Bernouilli a los dos extremos del circuito hidráulico (cámara, masa de café, filtro).

Obsérvase que la presión motriz depende del tipo de máquina utilizada, que se tiene una presión atmosférica

pressure depends on filter and cake resistance. It will be observed that only fall in pressure due to resistance can be modified, this through the choice of an adequate filter, grinding and pressure in order to respect the total time taken by the water to pass through.

The filter resistance depends on its shape, is inversely proportional to the hole section and subject to the features of the beverage itself.

The cake resistance depends on its height, its porous qualities and the characteristics of the fluid. The porous quality varies in the course of extraction due to structural modifications. It is subject to the degree of grinding and pressure, likewise to the moisture of ground coffee.

When these variable factors are examined, it becomes obvious that there is little or no possibility of influencing the majority of them. The variable factors, that can be most easily influenced, are the degree of pressure and grinding.

und Kaffeekuchenwiderstand abhängig ist. Man stellt weiter fest, dass nur die vom Widerstand entstehende Druckverminderung mit der Wahl eines entsprechenden Filters, der Mahlung und des Druckes verändert werden kann, um die ganze Dauer des Wasserdurchlaufens beizubehalten.

Der Filterwiderstand hängt von der Filterform ab, steht mit dem Löcherdurchmesser im umgekehrten Verhältnis und ist von den Getränkseigenschaften abhängig.

Der Kaffeekuchenwiderstand hängt von der Höhe des Kaffeekuchens, seiner Porosität und den Flüssigkeitseigenschaften ab. Die Porosität verändert sich während der Extraktion durch die Strukturänderungen. Sie ist von der Feuchtigkeit des gemahlten Kaffees abhängig.

Wenn man diese Variablen beobachtet, scheint es fast nicht oder sogar überhaupt nicht möglich die meisten von ihnen zu beeinflussen. Die Variablen, die man am leichtesten beeinflussen kann, sind der Druck- und der Vermahlungsgrad.

determinada, que la disminución de presión depende de la resistencia del filtro y de la masa de café. También se nota que sólo la disminución de presión debida a la resistencia puede modificarse con la elección de un filtro adecuado, del grado de molienda y de la presión, para respetar la duración total de filtración del agua.

La resistencia del filtro depende de su forma, es inversamente proporcional a la sección de las perforaciones y depende de las características de la bebida.

La resistencia de la masa de café molido depende de su espesor, su porosidad y las características del fluido. Durante la extracción la porosidad varía debido a las modificaciones de estructura. Depende del grado de molienda y de presión, de la humedad del café molido.

El examen de estas variables muestra que es limitada o aún inexistente la posibilidad de influir sobre la mayor parte de ellas. El nivel de presión y la molienda son las variables sobre las cuales se puede influir más fácilmente.



ÉVOLUTION ET TENDANCES DE LA RÉGLEMENTATION FRANÇAISE RELATIVE AU COMMERCE DES CAFÉS, PRODUITS DÉRIVÉS ET SUCCÉDANÉS

R. A. DEHOVE

Service central de la répression des fraudes, Paris

Bien que le titre du colloque porte exclusivement sur la chimie du café, il n'est pas apparu inutile aux organisateurs que l'aspect réglementaire soit envisagé et c'est la raison pour laquelle j'essaierai de vous entretenir, de façon pas trop ardue, des questions concernant les règles relatives au commerce du café : cafés verts, cafés torréfiés, produits dérivés et succédanés du café, en France, laissant à mon collègue, Maître KIEFÉ, le soin de procéder à une étude comparative des réglementations des divers pays qui se sont intéressés à cette question.

En ce qui concerne la réglementation actuellement en vigueur en France, il faut mentionner deux sortes de règlements :

— l'un est issu de la loi fondamentale du 1^{er} août 1905 sur la répression des fraudes et des falsifications dans le commerce des marchandises. C'est un décret qui a déjà une trentaine d'années, puisqu'il date du 7 octobre 1932. Il concerne surtout le café torréfié et il faut même préciser qu'il vise surtout le stade de la vente au consommateur ;

— l'autre, malheureusement ou heureusement — cela dépend du point de vue auquel on se place — est actuellement tombé en désuétude, du fait de l'accession de nos possessions d'Afrique à l'indépendance. C'est un décret du 2 juillet 1948, pris en application d'un décret-loi du 27 août 1937, sur le conditionnement des cafés exportés de nos ex-territoires d'outre-mer vers la métropole.

Je voudrais donner rapidement un aperçu de ces deux textes, parce que ce sont des règles qui ont leur valeur.

A. — Décret du 7 octobre 1932

Les règles qui découlent de ce texte ont été étudiées depuis très longtemps : elles sont basées sur les résolutions prises aux congrès de Genève et de Paris (1908 et 1909) sur la répression des Fraudes. Ce sont des règles issues de principes valables dans le temps et dans l'espace, qui sont d'ailleurs reprises, dans une certaine mesure, dans la nouvelle réglementation actuellement à l'étude.

Le décret de 1932 a appliqué au café un principe général : c'est que le nom de café ne doit être donné qu'au produit qui a droit à cette dénomination et qu'il ne peut être utilisé pour autre chose que du café.

À l'époque où ce texte a été préparé, il y avait eu des abus ; par exemple, des produits que l'on appelle maintenant des succédanés ou des substituts portaient le mot café dans leur dénomination ; il a fallu s'opposer à cela et on a donc réservé le mot café à la graine du caféier répondant à certaines conditions.

Cette définition du café était extrêmement stricte et, pendant longtemps, on a admis que le mot café était réservé au seul café en grains.

Un problème s'est donc posé dès l'apparition du café moulu : la vente de café moulu est-elle une chose licite ou au contraire une chose interdite ?

Comme dans d'autres domaines, il a fallu tenir compte de l'évolution des tendances commerciales, dès l'instant qu'elles se font dans le cadre de la loyauté des transactions et qu'elles garantissent la protection du consommateur. La position de principe a donc été assouplie et

il a été admis de vendre du café à l'état moulu sous certaines conditions d'emballage et de conservation.

A l'article 2 du texte de 1932, on a prévu — comme c'est l'habitude dans ce genre de règlement — les opérations licites en matière de préparation du café. Ces opérations sont assez limitées. Dans ces opérations, il y en a une qui s'appelle l'enrobage et qui a souvent donné lieu à des discussions. Toute la question semble être de savoir si l'enrobage du café peut être considéré comme une opération nécessaire, s'il s'agit simplement d'une opération d'embellissement du café ou si, au contraire, il s'agit vraiment d'une opération techniquement indispensable dans certains cas.

Je vous ai dit précédemment que le mot café avait été réservé à la graine du caféier et cependant, dès 1932, il a été nécessaire d'admettre que ce mot pouvait être utilisé, accompagné du qualificatif idoine, pour désigner le café décaféiné.

C'est dire que, depuis 1932, la décaféination du café a été considérée comme une opération licite et que la vente de café décaféiné est autorisée à condition que la proportion de caféine ne soit pas supérieure à 0,5 g par kg.

Le décret de 1932 avait visé aussi les succédanés du café, qui ont connu une certaine vogue pendant la période des hostilités. Pour ces produits, l'utilisation du mot café n'est pas autorisée ; de plus, en vertu d'une réglementation plus générale (article 3 de la loi du 28 juillet 1912 complétant l'article 4 de la loi du 1^{er} août 1905), il est obligatoire de porter sur l'étiquette l'indication des éléments entrant dans leur composition.

B. — Décret du 2 juillet 1948

Ce texte, qui vise surtout les cafés verts, réglemente notamment l'admission à l'importation dans la métropole des cafés originaires ou en provenance des territoires français d'outre-mer. Comme je l'ai déjà dit, ce texte est pratiquement tombé en désuétude.

* * *

Parce que le décret de 1932 a trente ans et qu'il s'applique surtout au café torréfié au moment de sa vente au consommateur, parce que, d'autre part, le décret de 1948 est virtuellement abrogé, l'administration a été amenée à envisager une modification du décret de 1932, en y incluant des dispositions visant le café vert.

C'est surtout de cela que je voudrais vous entretenir et vous indiquer, sinon le contenu exact des modifications envisagées, du moins les problèmes qui se posent à l'occasion de ces modifications.

Le principe de réserver le mot café à la graine du caféier a été évidemment maintenu, mais explicité ; on admet que le mot café figure, dans certaines conditions, sur les emballages de produits qui, sans être du café pur,

sont cependant des produits pour la préparation desquels du café a été mis en œuvre. C'est une précision qui était à faire parce que cela correspond vraiment à la réalité, est conforme aux exigences de la loyauté commerciale et n'exclut pas la protection du consommateur.

Une des plus importantes modifications prévues est celle relative au commerce en France des cafés verts qui, comme je l'ai déjà dit, n'étaient réglementés que lorsqu'ils provenaient des territoires d'outre-mer et seulement jusqu'à leur importation en France. Le décret de 1948 ne s'appliquait ni aux cafés importés de l'étranger, ni aux cafés verts commercialisés en France. Pour cette modification, on s'est inspiré très largement des dispositions du décret de 1948 sur le conditionnement, aussi bien en ce qui concerne les espèces que le classement, les défauts, etc.

En matière de cafés torréfiés, une innovation est à signaler : la définition, dans un but de promotion de la qualité, des cafés « supérieurs », c'est-à-dire de tous les cafés pour lesquels il est fait état d'une mention de supériorité, telle que « supérieur, choix, de qualité », etc... Pour ces qualités supérieures, qui devront évidemment être de bonne dégustation, « bonne tasse », comme on dit, la teneur en défauts devra être sensiblement moindre que pour les cafés courants ; de plus, ils ne devront contenir aucune substance étrangère telle que pierres ou débris. Leur teneur en humidité devra, non seulement être inférieure à celle des cafés courants, mais encore garantie jusqu'au consommateur à une teneur inférieure au maximum fixé. Ceci revient à dire que les emballages utilisés pour ces cafés devront être tels que les cafés supérieurs parviennent secs au consommateur.

Ceci constitue une différence notable avec les cafés courants, dont la teneur maximum en humidité est fixée à 5 pour 100 depuis 1932, mais qui pouvaient reprendre de l'humidité en cours de commercialisation, à condition que le poids de café contenu dans le paquet, supposé à 5 pour 100 d'eau, soit conforme à l'indication portée sur l'emballage.

Le nouveau texte admettra également que le café moulu est licite, ce qui n'avait été prévu jusqu'à présent que par mesure de tolérance. La vente du café moulu correspond à des usages nouveaux et ce qu'il faut exiger, c'est qu'il provienne exclusivement de la mouture de café torréfié tel que défini. Evidemment, le café moulu doit être en emballages tels que la conservation de ses qualités soit assurée jusqu'au stade de la consommation.

Une autre innovation du prochain texte est la définition du café-boisson, qui avait déjà été envisagée lors des congrès de Genève et de Paris. Nous avons en effet pensé que, pour que la question du café soit réglementée depuis sa production — je veux dire de son importation puisque nous ne sommes pas producteurs — jusqu'au consommateur, il était indispensable que le café-boisson fût défini.

Que demande-t-on du café-boisson ? Qu'il soit fait à partir de café tel que défini évidemment, mais aussi que la quantité de café mise en œuvre soit supérieure à un

seuil limite au-dessous duquel la boisson obtenue n'a plus droit à la dénomination de café.

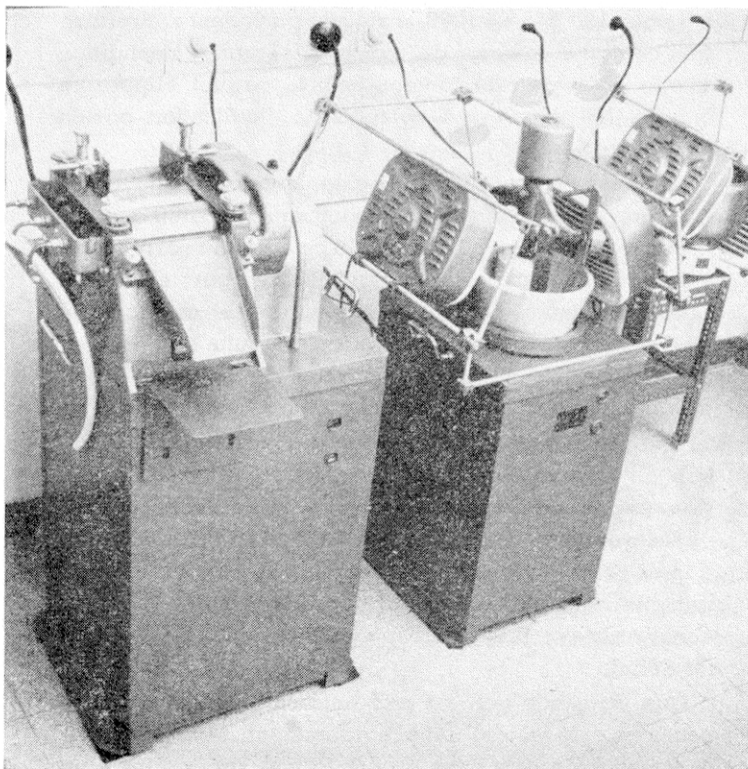
Le projet en préparation fait aussi état des extraits de café, qui n'avaient pas été définis par le décret de 1932, mais qui font depuis un certain temps déjà l'objet d'un commerce important ; il s'agit des extraits liquides et des extraits en poudre que l'on connaît plus communément sous le nom de « cafés solubles ». Pour ces produits, il n'y a pas de problème particulier ; ils doivent provenir de café torréfié et correspondre à certaines caractéristiques qui n'appellent pas de commentaires spéciaux.

En ce qui concerne les opérations licites, c'est-à-dire ce qu'il est permis de faire pour la préparation du café, les règles établies en 1932 sont généralement reprises, mais il y a tout de même une petite innovation dans ce domaine en ce sens qu'il ne sera plus fait état dans le projet en cours des opérations interdites.

Il faut en effet préciser qu'actuellement, dans les règlements issus de la loi de 1905, il y a deux articles que l'on retrouve toujours : l'un qui donne la liste des opérations licites, l'autre qui rappelle les opérations interdites.

Or une question se pose souvent, c'est celle de savoir ce qu'il en est d'opérations qui ne sont énumérées ni dans les opérations licites, ni dans les opérations interdites. Ceci donne lieu à contestations et je crois que la meilleure solution à apporter à ce problème est de n'énumérer que les opérations licites et, a contrario, d'estimer que tout ce qui n'est pas licite est interdit.

Laboratoire de technologie de l'IFCC : la microchocolaterie.



Ceci doit résoudre des difficultés et éviter des discussions.

En ce qui concerne les cafés verts, le nombre des défauts est évidemment une chose extrêmement délicate et un chiffre maximum doit être fixé. Cependant, étant donné les accords commerciaux d'aide de la France aux pays d'Afrique producteurs de café, nouvellement indépendants, il est nécessaire de prévoir, en accord d'ailleurs avec d'autres départements ministériels, des mesures transitoires. C'est dire que pendant un certain temps, jusqu'à ce que l'évolution de la production des pays d'Afrique ait atteint, dans le sens d'une recherche de la qualité, de meilleurs classements, il sera nécessaire de prévoir la commercialisation de cafés de classements inférieurs au minimum fixé, donc d'autoriser l'importation de cafés présentant un nombre de défauts supérieurs au minimum souhaitable.

Un problème assez curieux s'est posé pour la France, qui ne semble pas se poser pour nos partenaires du Marché Commun au sein de la Communauté Economique Européenne ; il a trait aux paquets de café torréfiés vendus en emballages préparés à l'avance. Je veux parler du problème des paquets de 200 g et des paquets de 250 g — c'est ainsi qu'on l'appelle — et il semble bien qu'il n'y ait qu'en France que ce problème se pose.

Ce problème qu'il faut résoudre, et qui est fort difficile à résoudre, provient du fait que le paquet de 250 g correspond à un usage traditionnel et que l'apparition sur le marché de paquets de 200 g seulement présenterait pour le consommateur des risques de confusions.

La meilleure solution serait d'abord d'obliger à l'inscription du poids net en gros caractères, pour que le consommateur puisse se rendre compte sans ambiguïté de la quantité exacte qui lui est livrée. Ensuite, si cette solution n'apportait pas une amélioration, c'est-à-dire la disparition de toute confusion, de normaliser les poids soit dans le cadre national, soit sur le plan du Marché Commun. Personnellement, je ne crois pas que cette question soit tellement difficile à résoudre, parce que la vente en paquets de 200 g n'est pas un usage chez nos partenaires du Marché Commun. Or, dans la perspective d'une harmonisation des législations, il faudra bien prendre des dispositions communes qui seront valables aussi bien en France que chez nos partenaires et il semble assez difficile, a priori, pour la France de soutenir un point de vue qu'elle serait seule à défendre.

Voilà, je crois, les problèmes qui se posent à propos de la réglementation des cafés et je dois vous prier de m'excuser si mon propos a été un peu indigeste ; les questions de réglementation sont un peu spéciales et n'ont rien de particulièrement humoristique.

Je ne voudrais pas terminer sans dire un mot des perspectives dans le cadre du Marché Commun. Actuellement, ni sur le plan de la Communauté Economique Européenne, ni sur le plan du Conseil de l'Europe, le problème de la réglementation des cafés n'a été abordé. Nous en sommes encore au stade des directives générales relatives aux additifs autorisés dans les denrées

alimentaires. La question du café sera nécessairement envisagée comme toutes les questions d'harmonisation de législation. Mais je ne voudrais pas empiéter sur la communication de Maître KIEFÉ. Ce sera pourtant un problème assez ardu car, comme cela a été dit tout à l'heure dans la commission n° 1 à propos de la réglementation et de la normalisation, les réglementations des pays du Marché Commun ne parlent souvent pas des

mêmes choses, même quand il s'agit du même sujet.

En tout cas, je reste persuadé que tous les problèmes d'ordre technologique qui se posent en matières de cafés, cafés verts et cafés torréfiés, sont en liaison étroite avec les problèmes réglementaires, puisque les premiers tendent à la commercialisation d'un produit et que les seconds tendent à assurer une commercialisation loyale et honnête.

DEHOVE (R. A.). — **Evolution et tendances de la réglementation française relative au commerce des cafés, produits dérivés et succédanés** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 400-404.

L'Auteur examine les règles relatives au commerce des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés en France.

Il y a actuellement deux sortes de règlements : l'un issu de la loi générale du 1^{er} août 1905 sur la répression des fraudes et des falsifications dans le commerce des marchandises et datant de 1932 qui concerne surtout le café torréfié. L'autre, un peu tombé en désuétude, est le décret du 2 juillet 1948, sur le conditionnement des produits exportés des territoires d'outre-mer vers la métropole.

Un aperçu du premier texte, basé sur des principes toujours valables, et des difficultés qui ont surgi est donné : par exemple, dans le décret de 1932, il est dit que le mot café ne doit s'appliquer qu'au café en grains ; des problèmes se sont donc posés au moment de l'apparition sur le marché du café moulu, des extraits de café, etc., et les conceptions ont dû s'assouplir. Dans ce même décret, les opérations licites concernant le café sont énumérées ; parmi elles, l'enrobage a souvent donné lieu à discussions.

Des modifications à ces règlements sont en cours d'étude : pour le café vert, on s'inspire du décret de 1948 en ce qui concerne les espèces, le classement, les défauts, etc... Pour le café torréfié, des innovations sont prévues : définition du café dit supérieur, du café décaféiné, du café-boisson, des extraits de café. Les problèmes d'étiquetage sont de même envisagés.

Sur le plan de la C. E. E., il y a actuellement confrontation des réglementations des divers pays ; lorsque celles relatives au café seront abordées, il y aura évidemment une harmonisation à réaliser.

DEHOVE (R. A.). — **The development and trend of French regulations concerning the coffee trade and that of derived products.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 400-404.

The Author goes into the regulations concerning the green and roasted coffee trade and that of their derived products.

At the present time, two kinds of regulations exist : one, resulting from general legislation adopted on 1st August 1905 against fraud and sophistication on the food and commodity market, dates from 1932 and affects mostly roast coffee. The other is a somewhat obsolete measure, adopted on 2nd July 1948, with respect to the conditioning of

DEHOVE (R. A.). — **Entwicklung und Tendenz der französischen auf den Handel von Kaffeesorten, Neben- und Ersatzprodukten bezüglichen Verordnung.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 400-404.

Der Verfasser betrachtet die auf den Handel von rohen und gerösteten Kaffeesorten und deren Nebenprodukten bezüglichen französischen Verordnung.

Zurzeit gibt es zwei Verordnungen : Die eine stammt von dem Hauptgesetz vom 1. August 1905 über die Betrugs- und Verfälschungskontrolle im Warenhandel ab, wurde im Jahre 1932 verfasst und betrifft besonders den Röstkaffee. Die andere ist etwas ausser Gebrauch geraten : es ist der Erlass vom 2. Juli 1948 über die Verpackung der von den Überseegebieten nach dem Mutterland eingeführten Waren.

DEHOVE (R. A.). — **Évolución y tendencia de la reglamentación francesa relativa al comercio de los cafés, productos derivados y sucedáneos.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 400-404.

El Autor examina las reglas relativas al comercio de los cafés verdes, tostados y de sus derivados en Francia.

Existen actualmente dos tipos de reglamentos : uno procedente de la ley general del 1^{er} de agosto de 1905 sobre la represión de los fraudes y falsificaciones en el comercio de las mercancías y datando de 1932, concierne sobre todo al café tostado ; otro, un poco desusado, es el decreto del 2 de julio de 1948 sobre el condicionamiento de los productos de los territorios de Ultramar exportados en Francia.

goods exported to Metropolitan France from overseas territories.

A summary of the first text based on principles which remain binding to-day, and of difficulties that have arisen is given in this study. Thus, in the 1932 decree, it is specified that the word coffee can apply to one product only, namely — coffee beans —. Thus the appearance of ground coffee, coffee extracts, etc. on the market was a source of difficulty which led to more flexible conceptions. The same decree details all lawful operations with respect to coffee ; among these the coating process has often been a source of controversy.

An overhaul of these regulations is now in the study stage : guidance is forthcoming from the 1948 legislation so far as concerns species, grading, defects of green coffee...With respect to roasted coffee, innovations are expected such as the defining of high-grade coffee as it is called, decaffeinated coffee, beverage-coffee, coffee extracts. Even problems connected with labelling are taken into consideration.

So far as the E. E. C. is concerned, regulations in various countries are now being compared. Once the coffee question is broached, it is obvious that various conceptions will have to be attuned.

Eine Übersicht über den ersten auf immer noch gültigen Grundsätzen begründeten Text und die hervorgekommenen Schwierigkeiten wird gegeben : zum Beispiel wird es im Erlass vom Jahre 1932 gesagt, dass das Wort « Kaffee » nur für ein einziges Produkt — den Bohnenkaffee — angewendet werden soll. Schwierigkeiten entstanden, als die gemahlten Kaffee und Kaffee-Extrakt-pulver usw. auf dem Markt erschienen, und Auffassungen mussten elastischer ausgelegt werden. Im selben Erlass sind die auf den Kaffee bezüglichen zulässigen Behandlungen aufgezählt, unter denen das Überziehen oft zur Erörterung Anlass gegeben hat.

Veränderungen dieser Verordnungen werden zur Prüfung vorgelegt : für den rohen Kaffee ist man in Bezug auf die Sorte, die Klassifizierung, die Fehler usw. durch den Erlass vom Jahre 1948 beeinflusst. Für den Röstkaffee sind Neuerungen vorgesehen : Bestimmung des sogenannten Edelkaffees, des entkoffeinierten Kaffees, des Kaffeegetränk und des Kaffee-Extraktpulvers. Das Etikettieren wird sogar in Betracht gezogen.

Im Rahmen der EWG vergleicht man zurzeit die Verordnungen der verschiedenen Länder. Wenn die den Kaffee betreffenden Verordnungen erörtert werden, so wird man selbstverständlich dazu kommen, eine Übereinstimmung zu schaffen.

Dáse una idea del primer texto basado sobre principios siempre valederos y de las dificultades que surgieron : por ejemplo, en el decreto de 1932 se dice que la palabra café debe aplicarse a un único producto, el café en granos ; debido a los problemas que se plantearon cuando aparecieron en el mercado el café molido, los extractos de café, etc..., las concepciones debieron de volverse más flexibles. En el mismo decreto se enumeran las operaciones lícitas concernientes al café : entre ellas fué muchas veces objeto de discusiones la técnica que consiste en revestir el café con una substancia determinada.

Se están estudiando actualmente unas modificaciones de los reglamentos : para los cafés verdes se toma como modelo el decreto de 1948 en lo tocante a las especies, a la clasificación, a los defectos, etc..., para el café tostado están previstas unas innovaciones : definición del café denominado superior, del café decafeinado, de la bebida de café, de los extractos de café. También han de examinarse los problemas de rotulación.

En el marco de la C. E. E. se confrontan actualmente las reglamentaciones de los varios países ; en lo tocante a las del café una armonización es evidentemente necesaria.



TABLEAU COMPARÉ DES LOIS ET RÈGLEMENTS CONCERNANT LE CAFÉ DANS DIVERS PAYS



Examen du problème de leur harmonisation

M^e R. KIEFÉ,
Avocat à la Cour d'Appel de Paris

C'est avec quelque confusion que moi, modeste juriste, je prends la parole dans cette assemblée d'éminents savants et techniciens. M. COSTE et M. NAVELLIER ont bien voulu me faire l'honneur de me demander de présenter un tableau comparé des lois et des règlements concernant le café dans divers pays et d'examiner surtout le problème de leur harmonisation. Je vous avoue immédiatement que j'ai été assez embarrassé en compulsant les textes que j'ai pu réunir, parce que j'ai l'impression que les différents textes n'ont pas été du tout élaborés d'après le même schéma, d'après le même plan, et qu'il y a même en ce qui concerne les termes employés des confusions possibles, bien plus, inévitables ; c'est pourquoi je suis convaincu qu'un colloque tel que celui que vous avez eu l'heureuse idée de réunir rendra les plus grands services pour dissiper des malentendus inévitables.

* * *

Quelles sont les espèces de caféiers ? Vous le savez mieux que moi, elles sont très nombreuses, on dit, je crois, 70 environ ; parmi elles, une dizaine seulement offrent un réel intérêt et les spécialistes expérimentés que vous avez entendus nous ont précisé ce point. Je le

rappelle simplement parce que la diversité des espèces a obligatoirement des conséquences sur le plan législatif et réglementaire comme l'ont d'ailleurs les différences dans la composition chimique, les propriétés physiologiques et le goût du café. Le café a une composition chimique très complexe dont dépendent ses propriétés physiologiques, lesquelles intéressent au premier chef les consommateurs, que les lois et règlements ont, ou doivent avoir, pour objet de protéger au maximum, comme ils doivent d'ailleurs sauvegarder les intérêts légitimes des producteurs et des négociants, ainsi l'a rappelé avant-hier M. le Président Monnet.

* * *

Après la cueillette, les cerises subissent une préparation fort complexe en vue de la vente, qui donne également lieu, au moins dans certains pays, à une réglementation. Avant leur expédition, les cafés sont classés d'après des types commerciaux bien définis et là encore nous avons un problème juridique bien difficile : les classements varient d'un pays à l'autre ; mais de plus en plus ils tendent à s'unifier et à se conformer aux normes appliquées sur les principaux marchés. Nous verrons ce point tout à l'heure.

* * *

Les torréfacteurs effectuent souvent des mélanges avec des cafés de diverses provenances, pour obtenir des lots ayant des qualités bien définies quant à leur arôme, leur force, leur finesse ; par conséquent, sur ce point encore, réglementation nécessaire.

Il y a aussi le café décaféiné ; actuellement, les procédés de préparation permettent de supprimer, ou au moins de réduire considérablement la caféine sans toucher aux substances aromatiques ; naturellement le café décaféiné coûte plus cher que le café normal et comme il s'agit d'un produit de régime, puisqu'actuellement les médecins attribuent une grande importance à l'effet favorable ou défavorable de la caféine selon les organismes, il doit être particulièrement contrôlé ; en conséquence, comme pour tous les produits de régime, une réglementation rigoureuse s'impose, ainsi qu'un contrôle énergique et attentif. Voyons maintenant le café soluble : la guerre de 39-45, vous le savez, en a accéléré la fabrication à grande échelle qui comprend plusieurs étapes : d'abord le choix des cafés verts employés, voici encore un point qui doit être réglementé, on utilise le plus souvent des mélanges présentant des qualités complémentaires ; la torréfaction est contrôlée soit à l'aide d'appareils électroniques, soit par des spécialistes particulièrement exercés ; ici encore je crois qu'une réglementation minutieuse s'impose. Puis il y a le broyage, l'extraction à l'eau chaude, qui a pour but d'obtenir un extrait de café liquide en vue de la préparation du café soluble, enfin l'élimination de l'eau par une évaporation, à la suite de laquelle le café peut être recueilli en poudre fine. Ce sont des questions que vous connaissez mieux que moi, ce sont simplement des têtes de chapitres que je veux rappeler ; ce tableau extrêmement résumé nous rappelle les problèmes que pose le commerce du café et nous donne par conséquent le plan de la législation et de la réglementation qui existe actuellement dans divers pays et surtout la liste des problèmes que le législateur a tenté de résoudre. Je vais recommander tout à l'heure, dans ma conclusion, une unification de la législation et de la réglementation ; je vais le faire à la fois avec quelque confusion et avec grand plaisir ; en effet, je vais répéter ce que contiennent les textes des résolutions adoptées ; ma proposition sera, en somme, un exposé des motifs à posteriori des décisions que le colloque a prises.

* * *

Ceci posé, voyons la législation et la réglementation dans quelques pays : je n'ai pas suivi l'ordre alphabétique, j'espère que les ressortissants des divers pays ne s'en formaliseront pas ; j'ai établi mon plan tout simplement au hasard des documents qui m'ont été fournis les uns après les autres. En ce qui concerne la France, je ne vous dirai rien, l'exposé très savant, très complet et

très clair que vous a présenté M. DEHOVE me dispense d'y revenir.

Grande-Bretagne : les dispositions relatives au café sont contenues dans divers textes ; une ordonnance du 17 septembre 1952 relative au mélange des cafés dispose que :

1. — Les mélanges de café et de chicorée, y compris « le café français », devront être des mélanges de café et de chicorée seulement ; ces mélanges ne devront pas contenir moins de 51 % en poids de café pur. Pourquoi ce nom de « café français » est-il donné à ce mélange, je n'en sais rien et je n'en suis pas très fier.

2. — Les cafés avec une saveur de figue, y compris le « café viennois », seront des mélanges de café et de figes seulement. Chaque mélange ne devra pas contenir moins de 85 % en poids de café pur.

3. — En ce qui concerne les extraits de café liquides, les qualifications auxquelles ils doivent répondre sont réglementées par un autre texte, une ordonnance du 12 avril 1945, dont je ne vous donne pas les détails.

République Fédérale Allemande : la matière a été réglementée par une ordonnance très détaillée du 10 mai 1930. Le texte prévoit 19 cas de falsifications et 11 cas de fautes d'étiquetage. Je me permets de dire à nos amis Allemands qu'il vaudrait peut-être mieux ne pas énumérer tous les cas possibles de falsifications : si le législateur définit 19 cas de falsifications, on peut craindre que les fraudeurs ne découvrent une vingtième méthode pour tromper les consommateurs, méthode qui ne tomberait pas sous le coup de la loi. L'ordonnance est d'ailleurs d'accord avec les autres législations en ce qui concerne la teneur en humidité du café torréfié.

Je souligne qu'en ce qui concerne le commentaire officiel de cette ordonnance, résumé dans le document qui m'a été communiqué, figurent certains termes qui justifient la conclusion que je vous présenterai : la nécessité d'unifier la terminologie. En effet, je lis au paragraphe 1, n° 8 : comme synonyme du mot « mélange de café », qui est le terme allemand, il faut considérer par exemple le mot « mélange » terme français et ses composés comme « Volksmélange ». Voilà par conséquent un exemple typique ; on a l'impression que dans les différents pays on emploie le terme « mélange » avec un sens différent.

En Argentine : le règlement alimentaire de la République d'Argentine (décret n° 141 de 1953) traite du café dans les articles 655 à 665 inclus. Il s'agit là d'un gros volume qui traite non seulement du café, mais de toutes les matières alimentaires. L'article 655 précise que par la dénomination café, café vert, café brut, il faut entendre du café Arabica, ou autres espèces du même genre non décaféinés. Le café vert ou brut doit contenir moins de 10 % d'impuretés (grains déformés, avortés, noirs, etc...). L'article 657 précise que sous le nom de café torréfié en grains ou moulu, il faut entendre le café

normal qui, sous l'action de la chaleur, a acquis une couleur sombre et un arôme caractéristique. Le café torréfié doit présenter un aspect homogène, et répondre aux exigences suivantes :

1. Ne pas renfermer plus de 5 % d'humidité.
2. Ne pas contenir plus de 2 % de sucre.
3. Contenir au moins 7 % de matières grasses et 0,75 % de caféine.

En Belgique : le café est réglementé par un texte spécial, l'arrêté royal du 28 septembre 1891, « portant règlement sur le commerce des cafés », qui a été modifié par un arrêté royal du 30 novembre 1904. Je ne vous donne pas tous les détails de cette législation, qui d'ailleurs ressemble beaucoup à la législation française.

L'article 3 précise que sera considéré comme café mouillé, le café torréfié perdant à 100° plus de 5 % de son poids. Pour la chicorée, un arrêté spécial est intervenu, en date du 14 août 1947.

Italie : c'est une loi du 15 octobre 1925 qui a réglementé le café : elle contient 12 articles sur les dispositions tendant à combattre la fraude dans la torréfaction des cafés, puis un décret d'application du 19 décembre 1926 qui contient 16 articles. L'article premier interdit d'ajouter au café torréfié des matières étrangères à ce produit, il est défendu d'ajouter de l'eau au café torréfié, dans l'intention d'en augmenter le poids, naturellement, l'article 3 dispose qu'il est interdit d'importer du café dont la torréfaction serait atteinte des vices prévus par l'article premier.

Pays-Bas : un décret sur le café et le thé a été promulgué le 27 janvier 1947 ; mentionnons également un décret de 1925 modifié ultérieurement par les décrets du 24 juin 1947, du 19 janvier 1954 et du 17 août 1954. Je ne veux pas vous analyser ces longs textes, je veux simplement retenir que le plan suivi par le législateur n'est pas le même que celui des textes précédemment analysés. Les règles sont, avec plus de détails minutieux, pratiquement les mêmes que celles des autres législations. Mais, encore une fois, ce qui frappe, surtout pour un profane comme moi, dans la lecture de ces textes, c'est qu'il n'y a aucune unité dans le plan de présentation, unité qui seule permettrait à des personnes n'appartenant pas au pays de la législation consultée d'en saisir exactement la portée, or cette intelligence des textes s'impose en raison des nécessités du commerce international.

Portugal : j'espère que je n'ai pas commis d'erreur de traduction, je m'en excuse d'avance auprès de M. BAIÃO ESTEVES, du règlement pour la classification des cafés coloniaux portugais du 12 janvier 1925, révisé le 31 août 1959. L'exposé des motifs insiste sur la nécessité d'une plus grande simplification des méthodes, de l'amélioration de la qualité des cafés portugais et sur

l'opportunité aussi d'arbitrer les litiges entre les personnes intéressées au commerce du café. Les dispositions générales sont les suivantes :

— l'article 1 donne la définition des grains mûrs, secs, de forme commerciale courante, produits par les caféiers,

— l'article 2 donne la classification des cafés qui est faite par la Junte d'exportation,

— les articles 3 et 4 traitent des emballages et des marques, et précisent que les sacs neufs de jute, ou de fibres semblables doivent avoir un poids brut de 61 kg, les dimensions des sacs, leurs caractéristiques de résistance sont contrôlées et approuvées par la Junte ; et l'article 4 dit que tous les sacs pour l'exportation devront porter une marque officielle, conforme à un modèle déterminé ;

— l'article 6 traite des classifications selon les différentes origines ; j'ai été frappé par le grand effort de présentation logique que révèle le texte portugais :

a) *Origine géographique* : les cafés portugais sont classés selon la province d'Outre-Mer et la région productrice ; en Angola, on reconnaît comme région productrice : Cabinda, Ambriz, Cazengo et Amboim ;

b) *Origine botanique* : Arabica, Robusta, Libérica ;

c) *Classification en qualité* : Grado, medio, miudo et corrente ;

— l'article 10 prévoit 11 catégories d'impuretés et d'infractions ;

— l'article 13 donne une classification après torréfaction ;

— l'article 14, une classification d'après la saveur ; trois degrés dans cette classification ;

— l'article 15 donne une classification commerciale et les articles 17 et 18 traitent des bulletins et des certificats ;

— enfin, un dernier article traite des réclamations et recours contre les décisions et classifications prises par la Junte, qui peut d'ailleurs infliger des sanctions, non pénales mais commerciales.

Suisse : un texte général, c'est l'ordonnance réglant le commerce des denrées alimentaires et de divers objets usuels, de toutes les denrées alimentaires ; il forme un gros volume. C'est l'ordonnance du 25 mai 1936 avec les modifications apportées jusqu'au 31 mars 1952, ce volume traite du café et des succédanés du café et du thé également dans le chapitre XXV, et il est traité du café dans les articles 291 à 299 inclus. Cette ordonnance a été prise en application de la loi fédérale du 8 décembre 1905, sur le commerce des denrées alimentaires et de divers objets usuels. Vous voyez que la loi suisse sur les fraudes est à peu près contemporaine à la loi française sur les fraudes du 1^{er} août 1905. Les règles posées par la législation suisse me paraissent sensiblement les mêmes que celles des textes précédemment cités et notamment de la législation française.

* * *

Je ne veux pas insister sur ces textes que vous connaissez beaucoup mieux que moi, je voulais tout simplement essayer de les résumer, au risque d'être confus, pour en tirer un petit « discours sur la méthode ». Que faut-il conclure de cette brève, trop brève et trop sommaire revue de la législation ? d'abord, comme je vous le disais, je n'ai pu vous donner un aperçu de la législation de tous les pays, parce que pour certains d'entre eux, il m'a été impossible de me procurer la documentation nécessaire. Je me félicite par conséquent que le colloque ait décidé d'instituer une commission permanente en vue de réunir cette documentation, tâche préalable à tout travail utile et constructif ; mais je tiens à rendre hommage à mes collègues du Service Français de la Répression des Fraudes, notamment à MM. DEHOVE et SOUVERAIN, qui ont bien voulu me communiquer la documentation très riche de leur service.

Ce qui me frappe ensuite, c'est la diversité des réglementations. Et j'ai l'impression, je me trompe peut-être parce que je suis un profane, que cette diversité est souvent plus apparente que réelle, car les termes employés sont différents et c'est de nature, je crois, à créer des équivoques regrettables. Et, une des premières tâches du colloque, il l'a décidée et je l'en félicite encore, sera par conséquent d'établir une terminologie commune évitant les erreurs et les malentendus ; cette terminologie unifiée évitera aussi les injustices, car, dans le commerce international, les gens peuvent se trouver inculpés de fraudes, alors qu'en réalité ils ont mal compris les textes, trompés sur l'équivoque créée par le manque d'unité dans la terminologie.

Troisième point : je tiens à souligner la difficulté que nous avons les uns et les autres à connaître à fond la réglementation et la législation de divers pays, et la nécessité de rassembler par voie d'échanges, d'une manière que vous avez déjà déterminée, je vous en félicite encore, des archives complètes et tenues à jour, qui permettront à tous ceux qui s'intéressent professionnellement au café de se mettre rapidement au courant de la réglementation dans chaque pays ; cette documentation permettra de tirer les conclusions qui s'imposent, de constater les divergences qui ne manqueront pas de se manifester, de faire les efforts nécessaires pour unifier la réglementation dans l'intérêt bien compris des producteurs et des consommateurs.

J'avais inscrit dans les notes de mon exposé un pressant appel à tous les participants au colloque d'envoyer à l'Institut Français du Café la documentation concernant leur pays ; j'arrive trop tard, puisque vous en avez ainsi décidé, ce dont je me félicite et vous félicite chaleureusement.

Car voyez-vous, et c'est un point sur lequel je voudrais insister également, il ne suffit pas que nous soyons en possession du texte des lois et règlements de tous les pays ; il faut aussi que nous connaissions, et c'est ce qu'a décidé tout à l'heure la commission de réglementation,

l'interprétation des lois et règlements au sujet des principaux problèmes que pose le café, d'autant plus que des contresens peuvent très bien être commis lorsque nous lisons une loi étrangère, étant donné que les plans de présentation sont très divers. Par conséquent, je crois que sur tous ces points nous devons faire un gros effort.

M. le Ministre Georges MONNET a insisté sur la nécessité d'une organisation mondiale, sur la nécessité aussi de conjuguer l'augmentation du rendement avec la réduction des surfaces pour éviter la surproduction. Nous devons constamment penser à ce double devoir : d'une part, protéger les consommateurs, qui ont droit à avoir un café nutritif et sain, d'autre part, protéger les intérêts légitimes des producteurs, qui ont le droit à une juste rémunération de leur travail. A cette conciliation de deux obligations sociales, nous devons inlassablement nous attacher ; nous y parviendrons par l'examen des textes et l'étude des produits.

M. le Président JANS a conclu dans le même sens, ainsi que M. ILLY. Ils ont très judicieusement demandé une standardisation des lois et des normes de contrôle pour combattre la fraude ; ce qui est très important également, comme M. JANS a bien fait de le souligner, c'est l'unification des méthodes de prélèvement et leur précision, car ces méthodes constituent une garantie judiciaire essentielle pour les producteurs et pour les commerçants.

M. NAVELLIER, aux incomparables efforts duquel je suis heureux de rendre hommage, a insisté sur la nécessité de poursuivre après le colloque les travaux entrepris. Je me félicite qu'il ait été si bien entendu, par vous, et cette fois encore, je n'ai plus d'effort de démonstration à faire, puisque ce que je désirais et nous désirions tous a été adopté à l'unanimité.

Je voudrais encore vous apporter une information : l'Association Internationale de l'Expertise Chimique, qui a son siège à Paris et dont le Président est M. JANS, et dont j'ai l'honneur d'être le Secrétaire Général, se met à votre entière disposition, puisque vous avez décidé de collaborer, et vous avez bien fait, avec tous les organismes existants, je crois que cette association pourrait se mettre utilement à votre service et vous apporter le concours de tous ses membres, tant étrangers que français. Je vous rappelle son programme d'action, tel qu'il figure à la fin de ses statuts : son objet est d'établir une doctrine internationale de l'expertise chimique sur les plans scientifique, technique et juridique, dans l'intérêt commun des producteurs, consommateurs et usagers. Par quels moyens ? 1) Un inventaire comparé des règles de l'expertise judiciaire en matière de fraudes et de toxicologie. 2) Un inventaire comparé de l'utilisation des méthodes d'analyse dans toutes les formes d'expertise chimique. 3) Naturellement, ces deux inventaires faciliteront la recherche des possibilités d'harmonisation des règles de l'expertise judiciaire, en matière de fraudes et de toxicologie. 4) Inventaire de la législation et de la réglementation en matière de fraudes et de toxicologie, et recherche des possibilités d'unifica-

tion de la législation et de la réglementation. Vous voyez que les buts de cette association coïncident exactement avec ceux que vous avez fixés dans les résolutions votées tout à l'heure et, par conséquent, je suis convaincu qu'une collaboration féconde pourrait s'instituer.

Il faut créer un véritable réseau permanent de re-

cherche et de documentation, en vue d'unifier la législation et la réglementation dans l'intérêt commun des producteurs, qui, encore une fois, ont le droit de vivre du produit de leur travail, et des consommateurs, qui ont le droit d'exiger des produits d'excellente qualité ; le colloque a fait du bon, de l'excellent travail en décidant la création d'organismes permanents d'étude.

KIEFÉ (R.). — **Tableau comparé des lois et règlements concernant le café dans divers pays. Examen du problème de leur harmonisation.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café, Cacao, Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 405-410.

Dans sa communication, M^e Kiefé a présenté un tableau comparé des lois et des règlements concernant le café dans divers pays et a examiné surtout le problème de leur harmonisation. Ces textes n'ont pas été élaborés d'après le même schéma et le même plan et il y a en ce qui concerne les termes employés des confusions possibles et inévitables ; le colloque rendra donc les plus grands services pour dissiper ces malentendus.

La diversité des espèces, les différences dans la composition chimique, les propriétés physiologiques et le goût du café ont des conséquences sur le plan législatif et réglementaire. Le classement des cafés avant l'expédition soulève des problèmes juridiques. En ce qui concerne les mélanges de café effectués par les torréfacteurs, le café décaféiné, le café soluble, une réglementation est encore nécessaire.

Les textes législatifs, concernant les dispositions relatives au café, en Grande-Bretagne, en République fédérale allemande, en Argentine, en Belgique, en Italie, aux Pays Bas, au Portugal, en Suisse, sont alors passés en revue.

Ce qui frappe, c'est la diversité des réglementations ; une des premières tâches du colloque sera par conséquent d'établir une terminologie commune ; enfin, la difficulté pour connaître la législation et la réglementation de divers pays nécessite de rassembler des archives y ayant trait, d'interpréter les lois et règlements, ce qui a d'ailleurs été décidé au colloque. Par l'examen des textes et l'étude des produits, nous parviendrons à concilier deux obligations sociales : la protection des consommateurs et des producteurs.

M^e Kiefé nous apporte en outre une information utile : l'Association Internationale de l'Expertise chimique se met à la disposition de l'Institut Français du Café pour apporter le concours de tous ses membres.

M^e Kiefé conclut en disant qu'il faut créer un réseau permanent de recherche et de documentation pour unifier la législation et la réglementation. Le colloque a donc fait un excellent travail en décidant la création d'organismes permanents d'étude.

KIEFÉ (R.). — **Comparative table of the laws and regulations affecting coffee in various countries. The problem of attuning them.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 405-410.

Mr Kiefé's paper consists of a comparative study of the laws and regulations affecting coffee in various countries with special reference to the problem of attuning them. These texts were not all drafted in accordance with the same diagram and the same plan and confusions are likely or inevitable as to the terms employed. Thus the colloquy will render yeoman service from this point of view since it will serve to dispel misunderstanding.

The diversity of species, differences in chemical composition, the physiological properties and taste of coffee have an impact on laws and regulations, and

KIEFÉ (R.). — **Vergleichende Übersicht der in verschiedenen Ländern den Kaffee betreffenden Gesetze und Verordnungen. Die Frage ihrer Übereinstimmung.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 405-410.

In seiner Mitteilung hat Herr Dr Kiefé eine vergleichende Übersicht der in verschiedenen Ländern den Kaffee betreffenden Gesetze und Verordnungen vorgetragen und hat ihre Übereinstimmung besonders untersucht. Diese Texte sind nicht nach dem selben Grundriss und dem selben Plan ausgearbeitet worden und es besteht die Möglichkeit und sogar Unvermeidlichkeit gewisser Verwechselungen zwischen den angewendeten Ausdrücken. Das Kolloquium wird also viel dazu tun, um diese Missverständnisse zu beseitigen.

Die Mannigfaltigkeit der Sorten, die Unterschiede zwischen den chemischen Zusammensetzungen, die physiologischen Eigenschaften und der Kaffeegeschmack üben auf die Gesetzgebung und

KIEFÉ (R.). — **Cuadro comparado de las leyes y reglamentos concernientes al café en varios países. Examen del problema de su armonización.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 405-410.

En este informe el Autor ha presentado un cuadro comparado de las leyes y reglamentos concernientes al café en varios países y ha examinado sobre todo el problema de su armonización. Los textos no han sido elaborados siguiendo el mismo esquema y el mismo plan y, en lo tocante a los términos utilizados, hay confusiones posibles e inevitables ; el coloquio será, pues, muy útil para disipar las equivocaciones.

La diversidad de las especies, las diferencias relativas a la composición química, las propiedades fisiológicas y el gusto del café influyen sobre la legislación y la reglamentación. La clasificación de los cafés antes de su expedi-

coffee-grading, prior to shipment, gives rise to legal problems. In respect of mixtures made by coffee roasters — decaffeinated and instant coffees — the need for regulation remains.

Legislative texts concerning coffee measures in Great Britain, Federal Germany, Argentine, Belgium, Italy, The Netherlands, Portugal and Switzerland are then reviewed.

What strikes one particularly is the diversity of existing rules and regulations. Thus one of the main tasks of this meeting will be to draw up a common terminology. Finally, the difficulty of getting to know the regulations prevalent in various countries makes it necessary to pool the archives concerning them and to interpret these and the laws corresponding. Moreover, this has been decided upon in the course of the gathering. By dint of examining the texts and studying products, we shall be able to reconcile two social obligations : the protection of consumers and producers.

Mr Kiefé also brings useful tidings : The International Chemical Expertise Association is placing itself at the disposal of the French Coffee Institute with which all its members will co-operate.

Mr Kiefé emphasizes by way of conclusion the need for a standing network of research and documentation in order to unify laws and regulations. Thus the colloquy has done excellent work in deciding to set up permanent research bodies.

die Verordnung einen Einfluss aus. Die Kaffeeklassifizierung vor der Versendung stellt Rechtsfragen. Was die von den Kaffeeröstern hergestellten Kaffeemischungen, den entkoffeinierten Kaffee und das Kaffee-Extraktpulver anbetrifft, so ist eine Verordnung notwendig.

Die gesetzgebenden Texte, die in Grossbritannien, in der Bundesrepublik, in Argentinien, Belgien, Italien, Portugal, in den Niederlanden und in der Schweiz den Kaffee betreffen, werden dann vorgetragen.

Die Verschiedenheit der Verordnungen überrascht. Eine der ersten Aufgaben des Kolloquiums wird infolgedessen darausbestehen, eine gemeinsame Terminologie auszuarbeiten. Schliesslich, da es schwierig ist, die Gesetzgebung und Verordnung verschiedener Länder zu kennen, ist es erforderlich, Archive darüber anzuschaffen und Gesetze und Verordnungen auszulegen, was übrigens im Kolloquium beschlossen wurde. Durch die Prüfung der Texte und der Produkte wird es uns gelingen, zwei soziale Verpflichtungen in Übereinstimmung zu bringen : die Verteidigung der Verbraucher und der Hersteller.

Herr Dr Kiefé erteilt uns übrigens eine nützliche Auskunft : Die Internationale Verbindung für chemische Fachprüfungen stellt sich dem französischen Institut für Kaffee und Kakao zur Verfügung, um ihm die Beihilfe ihrer Mitglieder zu sichern.

Herr Dr Kiefé schliesst mit dem Gedanken, dass ein ständiger Versuchs- und Dokumentationsaustausch gebildet werden soll, um die Gesetzgebung und die Verordnung in Übereinstimmung zu bringen. Das Kolloquium hat also eine ausgezeichnete Arbeit durchgeführt, als es die Schaffung ständiger Prüfungsorganismen beschlossen hat.

ción plantea problemas de orden jurídico. Una reglamentación es todavía necesaria en lo que respecta a las mezclas de café hechas por los tostadores, al café decafeinado y al café soluble.

Después se revisan los textos legislativos concernientes a las disposiciones relativas al café en Inglaterra, en Alemania Occidental, en la Argentina, en Bélgica, en Italia, en Holanda, en Portugal y en Suiza.

Es sorprendente la diversidad de las reglamentaciones. Pues uno de los primeros trabajos del coloquio consistirá en establecer una terminología común. Además es difícil conocer la legislación y la reglamentación de los distintos países ; por eso son necesarios archivos, así como una interpretación de las leyes y reglamentos ; cabe notarse que unas decisiones fueron tornados a este respecto en el coloquio. Con un examen de los textos y el estudio de los productos podríamos conciliar dos obligaciones morales : la protección de los consumidores y la de los productores.

Además el Autor da un informe útil : la Asociación Internacional de la Peritación química ofrece la colaboración de todos sus miembros al Instituto Francés del café.

Afirma en conclusión que es preciso crear una red permanente de investigaciones y de documentación para unificar la legislación y la reglamentación. El coloquio hizo pues un buen trabajo cuando decidió la creación de organismos permanentes de estudio.

L'ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Son objet, ses projets en ce qui concerne le café

G. CASTAN

Association Française de Normalisation

La place importante qu'occupe le café dans le commerce international, le rôle qu'il joue dans de nombreuses économies, l'intérêt multiple que suscite l'étude de tous les problèmes qu'il pose, toutes ces raisons, qui ont motivé ces journées d'étude sur le café, ne pouvaient pas laisser indifférente l'Organisation Internationale de Normalisation.

C'est en 1926 que les organismes de normalisation qui existaient alors dans une vingtaine de pays décidèrent de se grouper en une Fédération Internationale des Associations Nationales de Normalisation, connue sous le sigle ISA.

L'ISA cessa officiellement ses travaux pendant la dernière guerre et fut reconstituée, en 1946, sous la nouvelle appellation « Organisation Internationale de Normalisation », dont le sigle dans les trois langues officielles de l'Organisation (Anglais, Français et Russe) est ISO.

L'ISO groupe aujourd'hui les organismes de normalisation des 49 pays suivants répartis dans le monde entier :

Albanie — Allemagne — Argentine — Australie — Autriche — Belgique — Birmanie — Brésil — Bulgarie — Canada — Chili — Colombie — Corée — Cuba — Danemark — Egypte — Espagne — Finlande — France — Grèce — Hongrie — Inde — Indonésie — Iran — Irlande — Israël — Italie — Japon — Liban — Maroc — Mexique — Norvège — Nouvelle-Zélande — Pakistan — Pays-Bas — Pérou — Pologne — Portugal — République Sud-Africaine — Roumanie — Royaume-Uni — Suède — Suisse — Tchécoslovaquie — Turquie — URSS — USA — Vénézuéla — Yougoslavie.

Parmi ces organismes, nous pouvons citer :

Le Deutscher Normenausschuss (DNA) pour l'Allemagne,

L'Institut Belge de Normalisation (IBN) pour la Belgique,

L'Ente Nazionale Italiano di Unificazione (UNI) pour l'Italie,

L'Office Hongrois de Normalisation (MSZH) pour la Hongrie,

Le Stichting Nederlands Normalisatie-Instituut (NNI) pour les Pays-Bas,

Le Repartição de Normalização (IGPAI) pour le Portugal,

La British Standards Institution (BSI) pour le Royaume-Uni,

L'Association Suisse de Normalisation (SNV) pour la Suisse,

L'American Standards Association (ASA) pour les Etats-Unis,

L'Association Française de Normalisation (AFNOR) pour la France.

L'ISO est une organisation internationale non gouvernementale qui jouit du statut consultatif auprès des Nations-Unies pour tout ce qui concerne la normalisation.

Son objet, d'après ses statuts, est de favoriser le développement de la normalisation dans le monde, en vue de faciliter entre les nations les échanges de marchandises et les prestations de service, et de réaliser une entente mutuelle dans les domaines intellectuel, scientifique, technique et économique.

L'ISO a son siège établi à Genève.

Les organes de travail de l'ISO sont constitués par des comités techniques qui sont créés lorsqu'une nouvelle normalisation est demandée, après avis des comités membres. Chaque comité technique a son secrétariat assuré par un des comités membres de l'ISO, qui est désigné par vote.

Ces comités peuvent créer des sous-comités pour étudier des groupes de questions appartenant au domaine d'activité du comité. Pour étudier en outre des

points spéciaux, ces comités et sous-comités peuvent être amenés à constituer des groupes de travail.

Parmi les 107 comités techniques existants et qui couvrent l'ensemble des activités humaines, deux comités intéressent le présent colloque, tout d'abord le comité ISO/TC 24 « Tamis », qui élabore actuellement une liste d'ouvertures de mailles qui, lorsqu'elle sera adoptée, rendra aux professionnels du café un service important. Le comité intéressant cependant le plus ces journées est le comité ISO/TC 34 « Produits agricoles alimentaires », dont le secrétariat est assuré par le comité membre hongrois ; le président des trois réunions qui se sont tenues jusqu'à présent, le Professeur TELEGDY-KOVATS, est présent à ce colloque.

Lors de sa première réunion, le comité ISO/TC 34 a constitué 7 sous-comités pour étudier :

1. les moyens de reproduction (secrétariat FRANCE)
2. les graines et fruits oléagineux (secrétariat ROUMANIE)
3. les fruits et légumes (secrétariat POLOGNE)
4. les céréales et légumineuses (secrétariat HONGRIE)
5. le lait et les produits laitiers (secrétariat PAYS-BAS)
6. les viandes et dérivés (secrétariat ALLEMAGNE)
7. les épices (secrétariat INDE).

Le café et les autres stimulants, bien que n'apparaissant pas dans cette énumération, étaient cependant explicitement cités dans le domaine des travaux du comité, qui est le suivant :

« Normalisation des produits d'origine agricole utilisés pour l'alimentation humaine et animale, y compris ceux utilisés comme stimulants (tels que thé, café) consommés à l'état naturel, préparés ou transformés.

« Normalisation des moyens de reproduction de tous ces produits agricoles. »

Lors de sa 3^e réunion, tenue à Paris en juin 1962, le comité ISO/TC 34 prit la résolution suivante :

« Les délégations présentes sont d'accord pour constituer un nouveau sous-comité 8 pour l'étude des stimulants et en attribuer éventuellement le secrétariat au comité membre indien. »

L'enquête sur cette constitution est en cours, mais on peut souhaiter que le plus possible de comités membres représentant des pays producteurs et utilisateurs participent aux travaux de ce nouveau sous-comité.

Certes, nombre de pays producteurs ne possèdent pas encore d'organisme national de normalisation et ne sont pas, par suite, représentés à l'ISO. On peut cependant espérer que petit à petit cette difficulté pourra être résolue d'une manière ou d'une autre.

Quel sera le programme de travail de ce sous-comité ? On ne peut certes augurer actuellement de ses décisions, mais différents travaux peuvent être envisagés sur le plan de la normalisation ; du point de vue de la terminologie, on peut envisager l'étude d'un vocabulaire intéressant la production du café ; se comprendre est en effet une impérieuse nécessité en commerce international, et l'établissement de définitions claires doit être le premier souci du normalisateur. Sous l'angle des spécifications, des recommandations peuvent aussi être envisagées, et l'on peut penser en particulier au problème posé par la classification des cafés ; des recommandations peuvent aussi être édictées en matière d'emballage. Du point de vue des méthodes d'analyse enfin, ce n'est pas aux experts présents qu'il faut démontrer l'intérêt d'un accord international sur les méthodes d'analyse de ce produit, l'établissement de méthodes précises et reproductibles apparaissant indispensable pour résoudre les litiges.

Une liaison étroite devra naturellement être établie entre les organisations internationales intéressées à ces problèmes afin d'éviter une duplication des efforts et permettre à chaque organisation de profiter de l'expérience acquise et des travaux qu'elles ont effectués ou doivent entreprendre.

Aussi doit-on inciter tous les délégués présents à entrer en contact ou à maintenir une liaison, si elle existe déjà, avec leur organisme de normalisation, afin qu'aussi bien sur les plans nationaux que sur le plan international, un véritable travail d'équipe puisse être effectué dans l'intérêt général de cette production.

CASTAN (G.). — **L'Organisation Internationale de Normalisation : son objet, ses projets en ce qui concerne le café.**
1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963.
Café, Cacao, Thé, Paris, vol. VII, n° 4, oct.-déc. 1963, p. 411-414.

La place importante qu'occupe le café dans le commerce international ne pouvait laisser indifférente l'Organisation Internationale de Normalisation.

C'est en 1926 que les organismes de normalisation qui existaient dans une vingtaine de pays se groupèrent en une Fédération Internationale des Associations Nationales de Normalisation (ISA). L'ISA fut reconstituée en 1946 sous l'appellation « Organisation Internationale de Normalisation » (ISO). L'ISO groupe les organismes de normalisation de 49 pays répartis dans le monde entier ; c'est une organisation internationale non gouvernementale, dont l'objet est de favoriser le développement de la normalisation dans le monde, en vue de faciliter entre les nations les échanges de marchandises et les prestations de service.

Le siège de l'ISO est à Genève ; ses organes de travail sont constitués par des comités techniques créés lorsqu'une nouvelle normalisation est demandée, après avis des comités membres. Les comités techniques peuvent créer des sous-comités qui peuvent eux-mêmes être amenés à constituer des groupes de travail.

Parmi les 107 comités techniques existants, deux intéressent le café : ISO/TC 24 « Tamis » et ISO/TC 34 « Produits agricoles alimentaires ». Lors de sa 3^e réunion (Paris, juin 1962), le comité ISO/TC 34 prit la résolution suivante : « les délégations présentes sont d'accord pour constituer un nouveau sous-comité 8 pour l'étude des stimulants et en attribuer éventuellement le secrétariat au comité membre indien ».

Parmi les travaux de ce sous-comité, on pourrait envisager l'étude d'un vocabulaire intéressant la production de café, des recommandations pour la classification des cafés, pour l'emballage, un accord sur les méthodes d'analyse.

Une liaison étroite devra être établie entre les organisations internationales intéressées à ces problèmes, afin d'éviter une duplication des efforts.

CASTAN (G.). — **The International Standardizing Organization : its purpose and plans with respect to coffee.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 4, oct.-déc. 1963, p. 411-414.

The importance of coffee in international trade could not fail to attract the International Standardizing Organization.

It was in 1926 that normalizing agencies in a score of countries formed an International Federation of National Standardizing Associations (ISA). This body was reconstituted in 1946 under the name of ISO (The International Standardizing Organization). ISO comprises the normalizing agencies of 49 countries from all over the world ; it is a non-governmental international organization which aims to promote the development of standardization throughout the world in view of easier exchanges of goods and rendering of services.

The headquarters of ISO is at Geneva ; its working agencies are formed by technical committees set up when some new standardization is called for in the view of member committees. The technical committees may set up sub-committees which can in turn appoint working groups.

Among the 107 existing technical committees there are two which deal with coffee questions : ISO/TC 24 « Screens » and ISO/TC 34 « Agricultural food products ». In the course of its Third Meeting in Paris in June 1962, the ISO/TC 34 adopted the following resolution : « The delegations present have agreed to set up a new sub-committee for the study of stimulants and to entrust any secretariat to which it may give rise to the Indian member committee ».

The possible work of this sub-com-

CASTAN (G.). — **Die Internationale Normungsorganisation : ihr Zweck und ihre den Kaffee betreffenden Pläne.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 4, oct.-déc. 1963, p. 411-414.

Der wichtige Platz, den der Kaffee im internationalen Handel einnimmt, konnte die Internationale Normungsorganisation nicht gleichgültig lassen.

1926 versammelten sich die Normungsorganismen, die in etwa zwanzig Ländern bestanden, zu einer Internationalen Vereinigung der nationalen Normungsverbindungen (ISA). Die ISA wurde 1946 unter dem Name « Internationale Normungsorganisation » (ISO) wiederaufgestellt. Die ISO verbindet die nationalen Organismen von 49 in der ganzen Welt verteilten Ländern ; es ist eine regierungsunabhängige internationale Organisation, die bezweckt, die Normungsentwicklung in der Welt zu fördern, um die Warenaustausche und Dienstleistungen zwischen Nationen zu erleichtern.

Der Sitz der ISO liegt in Genf ; ihre Exekutionsorgane bestehen aus technischen Ausschüssen, die nach Rat-schlag der Mitglieder begründet werden, wenn eine neue Normung gefordert ist. Die technischen Ausschüsse können Unterausschüsse bilden, die ihrerseits Arbeitsgruppen schaffen können.

Unter den 107 bestehenden technischen Ausschüssen beschäftigen sich zwei mit dem Kaffee : ISO/TC 24 « Siebe » und ISO/TC 34 « Landwirtschaftliche Ernährungsprodukte ». Beim dritten Zusammentreffen (Paris, Juni 1962) fasste der ISO/TC 34 Ausschuss den folgenden Entschluss : « die vorhandenen Kommissionen stimmen dazu bei, einen neuen Unterausschuss Nr. 8 für die Untersuchung die Reizmittel zu bilden und sein Sekretariat dem indischen Mitgliedsausschuss zuzuteilen ».

Unter den Arbeiten dieses Unterausschusses könnte man das Ausarbeiten

CASTAN (G.). — **La Organización Internacional de Normalización : su objeto, sus proyectos en lo tocante al café.** 1^{er} colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, Paris, 20-22 mai 1963. *Café Cacao Thé*, Paris, vol. VII, n^o 4, oct.-déc. 1963, p. 411-414.

Dado el lugar importante que ocupa el café en el comercio internacional, la Organización internacional de Normalización no podía no interesarse en dicho producto.

Fué en 1926 cuando los organismos de normalización que existían en unos veinte países se agruparon para formar una Federación internacional de las Asociaciones Nacionales de Normalización (ISA). En 1946 fué reconstituida la ISA y se llamó Organización internacional de Normalización (ISO). La ISO incluye los organismos de normalización de 49 naciones del mundo. Es una organización internacional no gubernamental cuyo objeto es fomentar el desarrollo de la normalización en el mundo para facilitar los cambios de productos y las prestaciones de servicios entre las naciones.

La residencia de la ISO se halla en Ginebra ; sus órganos de trabajo están constituidos por comités técnicos que se crean cuando se pide una nueva normalización, después de consultados los comités miembros. Los comités técnicos tienen la facultad de crear subcomités que pueden a su vez constituir grupos de trabajo.

Entre los 107 comités técnicos existentes, dos se interesan en asuntos de café : ISO/TC 24 « Tamiz » e ISO/TC 34 « Productos agrícolas alimentarios ». Durante su tercera reunión (Paris, junio de 1962), el comité ISO/TC 34 tomó la resolución siguiente : « las delegaciones presentes están de acuerdo para constituir un nuevo subcomité 8 dedicado al estudio de los productos estimulantes y para atribuir eventualmente su secretaría al comité miembro indio ».

En los trabajos del subcomité se podría incluir el estudio de un vocabulario rela-

mittee might include the study of a vocabulary connected with coffee-growing and recommendations for classifying coffee, packing and an agreement on means of analysis.

Close co-operation should be ensured between international organizations concerned with these problems in order to avoid overlapping.

eines die Kaffeeproduktion betreffenden Wortschatzes, Empfehlungen für die Kaffeeklassifizierung sowie die Verpackung und einen Vertrag über die Analysemethoden in Betracht ziehen.

Die an diesen Fragen interessierten internationalen Organisationen sollen in enger Verbindung stehen, um doppelte Arbeiten zu vermeiden.

tivo a la producción de café, recomendaciones acerca de la clasificación de los cafés, el embalaje, un acuerdo sobre los métodos de análisis.

Será necesario establecer relaciones estrechas entre las organizaciones internacionales que se dedican a estos problemas, para evitar una duplicación de los esfuerzos.



RÉSOLUTIONS ET VŒUX

Les deux dernières séances du colloque sont consacrées à la préparation des conclusions et à leur examen. Nous donnons ci-après la teneur du rapport de synthèse qui les concerne.

La **NEUVIÈME SÉANCE**, destinée à la préparation des conclusions du colloque, est alors ouverte sous la présidence du Dr BAIÃO ESTEVES (Portugal).

Le président donne la parole à M. COSTE qui, au nom de l'I. F. C. C., remercie les participants pour leur efficace collaboration. Il les prie d'excuser quelques imperfections matérielles dans l'organisation du colloque. Elles résultent notamment de la présence d'un nombre de visiteurs supérieur à celui qui était primitivement escompté ainsi que de l'ampleur des travaux présentés et des discussions qui les ont suivis, ce dont il faut se féliciter par ailleurs. En outre, l'interprète, souffrant, a dû quitter la réunion dès le premier jour, mais la courtoisie des participants et leurs connaissances linguistiques ont permis de parer à cette défaillance.

Le président exprime alors le souhait que ce premier colloque ne soit pas le dernier, et demande aux participants s'ils désirent poursuivre leurs échanges de vues au delà de la présente réunion, en créant des Commissions d'Etude.

M. Kaden estime que le maintien des contacts est nécessaire et suggère que M. BAIÃO ESTEVES préside les futures commissions.

Une discussion générale s'engage alors sur le nombre et les attributions des commissions à prévoir. Il est proposé, soit d'en envisager un nombre très restreint (deux) pour ne pas disperser les efforts, soit au contraire, de les multiplier pour mieux en définir la tâche. L'assemblée se rallie enfin au projet présenté par le président, consistant à créer quatre commissions qui pourraient éventuellement se subdiviser en sous-commissions et en groupes de travail.

La première commission serait chargée de rassembler, d'étudier et de diffuser la documentation concernant la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés, ainsi que les règlements et les normes concernant ces produits. Le président rappelle qu'il existe un recueil annuel portugais de la documentation concernant les cafés.

La seconde commission devrait examiner les méthodes d'analyse existantes, en étudier de nouvelles et proposer celles qu'elle jugerait actuellement préférables.

La troisième commission considérerait les relations entre la chimie et la technologie, c'est-à-dire les réactions chimiques qui interviennent au cours des processus technologiques, et l'influence de la composition chimique des produits mis en œuvre sur les opérations technologiques.

La quatrième commission étudierait les actions physiologiques, sur l'organisme des consommateurs, des constituants chimiques du café et tout particulièrement les effets sur les organes des sens, c'est-à-dire les propriétés organoleptiques.

Le Dr ALBANESE propose de diviser cette commission en deux, dont l'une s'occuperait des caractères organoleptiques et l'autre des effets physiologiques.

Il est alors admis que deux sous-commissions pourraient être constituées.

Le Dr ILLY estime nécessaire de créer une organisation pyramidale, avec une présidence générale pour l'ensemble des commissions.

Le professeur HEESTERMAN est d'accord sur le principe, mais redoute que l'on ne s'engage dans un travail trop lourd, qu'il serait difficile de mener à bien. Il pense que la répartition en quatre commissions est bonne. Il souhaite que chaque pays possède un représentant national auprès de toutes les commissions. Il accepterait d'assumer ce rôle en ce qui concerne les Pays-Bas.

M. MOREAU s'enquiert de la répartition du travail. Le président BAIÃO ESTEVES lui répond que, par exemple, une méthode d'analyse intéressante serait signalée par la 1^{re} commission et des membres de la 2^e commission l'étudieraient au laboratoire.

M. NAVELLIER insiste sur la nécessité de donner un ordre de priorité aux travaux : si l'on aborde à la fois trop de problèmes, on risque de n'en résoudre aucun. Il pense que l'on ne peut pas étudier cette question en séance plénière, mais plutôt dans les groupes de travail créés au sein des commissions. Lorsque ces groupes auraient abouti à un résultat, par exemple la mise au point d'une méthode d'analyse, un projet serait transmis par la commission n° 2 à la commission intéressée, par exemple la commission n° 1.

M. KADEN désire que chaque pays soit représenté dans chaque commission et qu'un président général assure les liaisons nécessaires.

Le Dr ILLY suggère que cette présidence revienne à l'I. F. C. C., qui a organisé ce colloque. Il veut donner immédiatement un aspect pratique à sa proposition : à son avis, non seulement l'I. F. C. C. devrait centraliser les travaux, mais il devrait aussi les diffuser, étant donné qu'il dispose déjà de la revue « Café Cacao Thé », dont l'orateur fait l'éloge. Il demande qu'une rubrique de cette revue soit spécialement consacrée aux études et informations résultant du colloque. Il pense que, pour remplir pleinement son rôle, cette publication devrait accroître son ampleur et le nombre de ses lecteurs et trouver les subsides nécessaires dans les abonnements, des subventions et la publicité.

Il estime que M. COSTE est tout désigné pour exercer la présidence générale de l'organisme envisagé.

Les propositions du Dr ILLY recueillent l'approbation de toute l'assistance.

M. COSTE remercie le Dr ILLY de sa flatteuse proposition. **Il accepte que l'I. F. C. C. assure les liaisons nécessaires après le colloque, mais il pense que ce n'est là qu'une solution transitoire, en attendant qu'un organisme international ait été créé avec un cadre juridique approprié.**

Pour la même raison, il décline l'offre du titre de président général, mais puisque l'I. F. C. C. va assurer le secrétariat général des commissions d'étude, il accepte, comme on le lui demande, d'en être temporairement le secrétaire général.

Maître KIEFE accepte d'étudier les bases juridiques de l'Organisme international envisagé.

Le Dr ILLY demande que le secrétaire général prenne contact avec les autres organismes, nationaux ou internationaux, intéressés.

Le président BAIÃO ESTEVES demande alors aux participants de s'inscrire dans les commissions d'étude de leur choix. Ces commissions sont constituées (voir annexe).

Le président propose aux commissions d'élire leurs bureaux. Après divers échanges de vue, ceux-ci sont constitués (voir page 200).

Une **DIXIÈME SÉANCE** est ouverte sous la présidence de M. COSTE, secrétaire général des commissions. Les rapports suivants sont présentés :

Le Dr BAIÃO ESTEVES, président de la **1^{re} commission** (Documentation, Réglementation, Normalisation), expose qu'il a été décidé, en vue de l'harmonisation des différents règlements concernant le café :

1^o de rechercher la bibliographie ;

2^o de rassembler les documents codifiant les usages commerciaux (contrats, etc.) ;

3^o de réunir les documents législatifs relatifs à la répression des fraudes.

En ce qui concerne la documentation scientifique, elle sera établie en liaison avec les autres commissions.

Le Pr TELEGDY KOVATS, président de la **2^e commission**, charge le secrétaire, M. NAVELLIER, de faire part des décisions prises :

Le but recherché est de définir :

1^o des méthodes de référence ;

2^o des méthodes pratiques communes à tous les laboratoires, pour faciliter la comparaison des résultats. La commission examinera les méthodes déjà officielles ou normalisées, ainsi que les méthodes relevées dans la documentation et les modifications ou méthodes nouvelles proposées par ses membres.

Le domaine de ses travaux comprendra également l'échantillonnage et l'expression des résultats.

Le Président TELEGDY KOVATS propose de retenir la présentation des résultats que M. NAVELLIER et Mme BRUNIN ont exposée au colloque. Il estime que, pour commencer, un nombre restreint de déterminations doit être mis à l'étude, et les responsables des groupes de travail correspondants sont désignés. La répartition est la suivante :

— Dosage de l'eau, responsable : M. SMITH.

— Détermination des cendres, responsable : M. NAVELLIER.

— Dosage de la caféine, responsable proposé : Dr ENGEL.

Il est souhaité que les projets de méthodes correspondants soient présentés au colloque de 1964.

Pour ce faire, M. COSTE accepte de faire parvenir aux intéressés des échantillons de cafés verts, dans des conditions qui ont été précisées.

En ce qui concerne l'eau, les membres du groupe de travail demandent à recevoir en prêt le matériel mis au point par M. GUILBOT pour la méthode de référence ou tout au moins les indications précises permettant de le faire réaliser.

Le président TELEGDY KOVATS estime que quatre méthodes doivent être mises à l'étude pour chaque dosage.

M. NAVELLIER demande que cette étude ne commence pas par les méthodes déjà officialisées, amplement étudiées, mais par des méthodes non encore officielles mais jugées intéressantes et éventuellement appelées à remplacer les méthodes actuellement officielles.

Ce point de vue est adopté.

Le Professeur HEESTERMAN se déclare d'accord pour demander au Dr WEURMAN de prendre la responsabilité d'un groupe de travail pour l'étude des constituants de l'arôme du café par chromatographie en phase gazeuse.

M. NAVELLIER se réjouit de ce projet car, si l'on ne peut en attendre la mise au point prochaine d'une méthode d'analyse, la complexité et l'importance de cette question justifient de l'aborder dès maintenant dans un groupe de travail.

M. KADEN, président de la 3^e **commission** (Chimie dans ses relations avec la technologie), charge le secrétaire, M. WILBAUX, de présenter le compte rendu suivant :

Le président reconnaît l'étendue considérable des attributions de sa commission qui vont de la préparation du café vert au café torréfié et ses dérivés.

Il se félicite de la présence de M. WILBAUX pour couvrir le premier champ d'activité.

Dans une première phase d'information, il propose de dresser l'inventaire des travaux en cours chez les divers membres et qui seraient publiables dans un court laps de temps :

M. WILBAUX (I. F. C. C.). — Etude de l'influence du traitement technologique au lieu de production, temps de récolte (séchage notamment), sur les propriétés chimiques (pH-acidité de l'huile), physiques (classification commerciale) et organoleptiques.

M. BARBERA. — Influence de la pression lors de la torréfaction sur le comportement de la cellule et les propriétés organoleptiques.

M. COGGIOLA. — Influence des divers traitements technologiques du café Robusta (décaféination) dans l'amélioration des qualités organoleptiques du café torréfié.

Mlle RUZZIER. — Influence de la nature de l'atmosphère de torréfaction (inerte-oxydante-réductrice) sur la qualité organoleptique du café torréfié.

M. SIMON. — Influence de la désorption de CO₂ sur le conditionnement en sacs plastiques sous vide du café torréfié en grain.

M. ALBANESE. — Amélioration de la qualité des extraits de café sous l'influence de la méthode d'extraction par l'eau et les traitements ultérieurs.

Dr KADEN. — Amélioration du café Robusta et des Arabica « riotés » par des procédés spéciaux de torréfaction.

Le président souhaite qu'un travail en collaboration sur divers problèmes à définir puisse s'instaurer dans une deuxième phase.

A cette occasion, il est suggéré d'établir une liaison étroite, d'une part, avec la commission n° 2 (Méthodes d'analyses) en vue d'uniformiser les méthodes de contrôle chimique des essais technologiques, d'autre part avec la commission n° 4 pour la standardisation de la préparation des échantillons à déguster ou à analyser.

La nécessité de baser les recherches fondamentales sur des matières premières parfaitement référencées fait souhaiter que l'I. F. C. C. se charge de fournir de tels échantillons verts ou torréfiés aux différents laboratoires intéressés dans un travail en collaboration.

La commission souhaite que les grands laboratoires veuillent bien vulgariser les résultats obtenus dans un passé relativement lointain et ne méritant plus d'être couvert par le secret professionnel.

La commission souhaite pouvoir se réunir à nouveau dans un délai qui pourrait être d'un an, afin de faire le point et d'établir des programmes de recherches en collaboration.

M. MUELLER, président de la 4^e **commission** (caractères organoleptiques et effets physiologiques), indique les sujets d'étude retenus :

Sous-commission des caractères organoleptiques :

1° codifier le langage en ce qui concerne les défauts et les qualités. Rassembler les méthodes d'examen,

2° adopter une méthode générale,

3° travailler en collaboration avec les autres groupes. Dégustations d'échantillons définis.

Sous-commission des effets physiologiques :

1° réunir la documentation en vue d'orienter les recherches,

2° étudier les actions physiologiques des produits du commerce : cafés torréfiés et extraits de café, décaféinés ou non.

* * *

Le président remercie les rapporteurs et félicite les commissions d'avoir ainsi abordé leur tâche et préparé l'avenir.

Il demande alors à M. NAVELLIER de présenter les textes des projets de résolution.

Après de brèves discussions et des modifications de détail, les résolutions et le vœu suivants sont adoptés :

RÉSOLUTIONS

Les participants du Colloque décident à l'unanimité :

1° Que le titre de ce colloque sera :

Premier colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés

2° De constituer quatre commissions d'étude permanentes :

PREMIÈRE COMMISSION : Documentation, réglementation et normalisation

SECONDE COMMISSION : Méthodes d'analyses

TROISIÈME COMMISSION : Chimie dans ses relations avec la technologie

QUATRIÈME COMMISSION : Caractères organoleptiques et effets physiologiques.

3° De constituer comme indiqué dans le tableau ci-dessous les bureaux de ces commissions.

4° Que les commissions, initialement composées par des participants au 1^{er} Colloque, pourront faire appel à toute personnalité compétente qu'elles jugeront utile de s'associer.

5° De confier à l'I. F. C. C. le secrétariat général des commissions ainsi constituées.

6° De désigner M. R. COSTE, directeur général de l'I. F. C. C., comme secrétaire général de ces commissions, en attendant qu'une organisation juridique internationale soit constituée.

7° De charger le secrétaire général d'établir les contacts nécessaires avec les autres organismes intéressés.

VŒUX

Les participants du Colloque international sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés émettent à l'unanimité le vœu qu'un **Second Colloque International** soit organisé en 1964, pour prendre connaissance des résultats des travaux des commissions permanentes et promouvoir de nouvelles recherches.

BUREAU DES COMMISSIONS

	Président	Vice-Président	Secrétaire
1 ^{re} commission	Dr BAIÃO ESTEVES	Dr ILLY	Me KIEFE
2 ^e commission	Pr TELEGDY KOVATS	Pr THALER	M. NAVELLIER
3 ^e commission	Dr KADEN	M. MOREAU	M. WILBAUX
4 ^e commission	Dr MÜLLER	Dr METZ	Mlle CHASSEVENT

Première Commission

DOCUMENTATION-RÉGLEMENTATION NORMALISATION

Bureau

Président : M. BAIÃO ESTEVES (A.), Ingénieur-Agronome, Missão de Estudos Agronomicos do Ultramar (Portugal).

Vice-Président : Dr ILLY (E.), Docteur en chimie, Directeur de Illy et Hausbrandt, Industria Nazionale Caffè (Italie).

Secrétaire : M^e KIEFE (R.), Avocat à la Cour d'Appel de Paris (France).

Membres

Mme BRUNIN (R.), Laboratoire Municipal de Paris (France).

M. CASTAN (M.), Ingénieur-Agronome à l'AFNOR (France).

M. CUSTOT (F.), Directeur du Laboratoire Coopératif d'Analyses et de Recherches (France).

M. DEHOVE (R. A.), Ingénieur-Chimiste E. N. S. C. I., Inspecteur divisionnaire au Service Central de la Répression des Fraudes, Expert à la F. A. O (France).

M. FATIN, Ingénieur-Chimiste, Laboratoires de recherches de la SOPAD (Nestlé) (France).

Pr HEESTERMAN (J. E.), Chef des Laboratoires chimiques et biologiques (Section des produits tropicaux), Institut Royal des Régions Tropicales (Pays-Bas).

M. JANS (V.), Ingénieur en Chef, Directeur des Laboratoires du Ministère des Finances (France).

M. MÜLLER (F. L.), Directeur de Recherches, AFICO (S. A.) Nestlé (Suisse).

M. d'ORNANO (M.), Ingénieur à l'I. F. C. C. (France).

M. RABECHAU (H.), Laboratoire de Physiologie végétale, Office de la Recherche Scientifique Outre-Mer (France).

M. SMITH (R. F.), Service de Recherches J. Lyons et C^o Ltd. (Royaume-Uni).

Pr TELEGDY KOVATS, Professeur de chimie bromatologique à l'Université polytechnique de Budapest, Président du Comité ISO. TC 34 (Normalisation Internationale des Produits Agricoles Alimentaires) (Hongrie).

Deuxième Commission

MÉTHODES D'ANALYSES

Bureau

Président : Pr TELEGDY KOVATS, Professeur de chimie bromatologique à l'Université polytechnique de Budapest, Président du Comité ISO. TC 34 (Normalisation Internationale des Produits Agricoles Alimentaires) (Hongrie).

Vice-Président : Pr Dr THALER (H.), Direktor des Instituts für Lebensmittelchemie der Technischen Hochschule Braunschweig (Rép. Féd. Allemande).

Secrétaire : M. NAVELLIER (P.), Laboratoire Municipal de Paris, Conseiller scientifique de l'I. F. C. C. (France).

Membres

M. BAIÃO ESTEVES (A.), Ingénieur-Agronome, Missão de Estudos Agronomicos do Ultramar (Portugal).

Mlle CHASSEVENT (F.), Chimiste-Physicienne à l'I. F. C. C. (France).

Pr COURTOIS (J. E.), Professeur de Chimie Biologique à la Faculté de Pharmacie de Paris (France).

M. CUSTOT (F.), Directeur du Laboratoire Coopératif d'Analyses et de Recherches (France).

Dr DORO (B.), Directeur du « Laboratorio Provinciale d'Igiene Proflassi », Reparto Chimico, Trieste (Italie).

Dr ENGEL (C.), Directeur du Central Institute for Nutrition and Food Research T. N. O. (Pays-Bas).

M. FATIN, Ingénieur-Chimiste, Laboratoires de recherches de la SOPAD (Nestlé) (France).

M. GLOMAUD (J. C.), Pharmacien (France).

M. GUILBOT (A.), Directeur des Laboratoires de Biochimie et de Physico-Chimie des céréales de l'Institut National des Recherches Agronomiques, CERDIA (France).

Mme HEROS (M.), Laboratoire Municipal de Paris (France).

Pr HEESTERMAN (J. E.), Chef des Laboratoires chimiques et biologiques (Section des produits tropicaux), Institut Royal des Régions Tropicales (Pays-Bas).

M. JANS (V.), Ingénieur en Chef, Directeur des Laboratoires du Ministère des Finances (France).

M. d'ORNANO (M.), Ingénieur à l'I. F. C. C. (France).

M. PERCHERON (F.), Maître de Conférence agrégé, Faculté de Pharmacie (France).

M. de SAINT RAT (L.), Bureau International Permanent de Chimie Analytique (France).

M. SMITH (R. F.), Service de Recherches J. Lyons and C^o Ltd., (Royaume-Uni).

Dr WEURMAN (C.), Central Institute for Nutrition and Food Research T. N. O. (Pays-Bas).

Dr Ing. WURZIGER (J.), Hygienisches Institut, Hambourg (Rép. Féd. Allemande).

Troisième Commission

CHIMIE DANS SES RELATIONS AVEC LA TECHNOLOGIE

Bureau

Président : Dr. KADEN (O. F.), Dr Forschungslabor für Kaffee, Kakao, Tee und andere pflanzliche Rohstoffe der Tropen (Rép. Féd. Allemande).

Vice-Président : M. MOREAU, Directeur de l'Usine Nestlé, St-Menet (France).

Secrétaire : M. WILBAUX (R.), Ingénieur Agronome Gx., Chef du Service de Technologie à l'I. F. C. C. (Belgique).

Membres

Dr ALBANESE (F.), Chemiker der Hag (A. G.) Wissenschaftliche Abteilung (Rép. Féd. Allemande).

Dr BARBERA (C. E.), Chimico, Food Technologist, IFT/AAAS (Italie).

M. BRUNNER (M.), Directeur de COFFEX (A. G.) (Suisse).

M. CAMBRONY (H.), Ingénieur en chef à l'I. F. C. C. (France).

Dr COGGIOLA (M.), Directeur de fabrication, Sté Crippa (Italie).

Pr HEESTERMAN (J. E.), Chef des Laboratoires chimiques et biologiques (Section produits tropicaux), Institut Royal des Régions Tropicales (Pays-Bas).

Dr ILLY (E.), Dr en chimie, Directeur de Illy et Hausbrandt, Industria Nazionale Caffé (Italie).

M. MÜLLER (F. L.), Directeur de Recherches, AFICO (S. A.) Nestlé (Suisse).

M. SIMON (J.), Chef des Laboratoires des Ets. Damoy (France).

M. SMITH (R. F.), Service de Recherches, J. Lyons et C^o Ltd., (Royaume-Uni).

Quatrième Commission

CARACTÈRES ORGANOLEPTIQUES ET EFFETS PHYSIOLOGIQUES

Bureau

Président : M. MÜLLER (F. L.), Directeur de Recherches AFICO (S. A.) Nestlé (Suisse).

Vice-Président : Pr METZ (B.), Docteur en Médecine, Chef du Laboratoire de physiologie appliquée, Faculté de Médecine de Strasbourg (France).

Secrétaire : Mlle CHASSEVENT (F.), Chimiste-Physicienne à l'I. F. C. C. (France).

Membres

M. ADRIAN (J.), Centre National de la Recherche Scientifique (France).

Dr ALBANESE (F.), Chemiker der HAG (A. G.), Wissenschaftliche Abteilung (Rép. Féd. Allemande).

Pr HEESTERMAN (J. E.), Chef des Laboratoires chimiques et biologiques (Section produits tropicaux), Institut Royal des Régions Tropicales (Pays-Bas).

Dr KADEN (O. F.), Dr Forschungslabor für Kaffee, Kakao, Tee und andere pflanzliche Rohstoffe der Tropen (Rép. Féd. Allemande).

M. MOREAU, Directeur de l'Usine Nestlé, St-Menet (France).

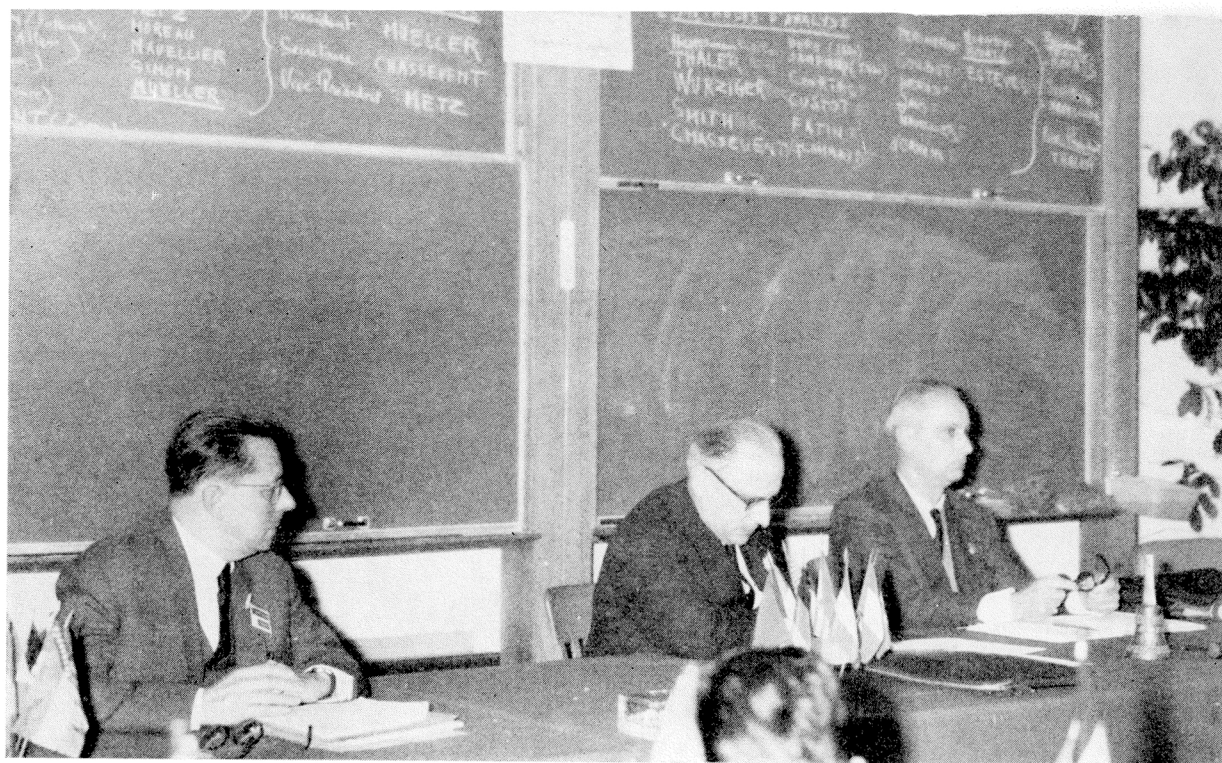
M. NAVELLIER (P.), Laboratoire Municipal de Paris, Conseil scientifique de l'I. F. C. C. (France).

M. SIMON (J.), Chef des Laboratoires des Ets. Damoy (France).

M. SMITH (R. F.), Service de Recherches, J. Lyons et C^o Ltd., (Royaume-Uni).

Dr WURZIGER (J.), Hygienisches Institut, Hambourg (Rép. Féd. Allemande).





M. LHULLIER, délégué par M. TRIBOULET, Ministre de la Coopération, prononce l'allocution de clôture du colloque. A ses côtés, M. R. COSTE, Directeur Général de l'IFCC, et M. NAVELLIER, Conseiller scientifique de l'IFCC.

ALLOCUTION DE CLÔTURE

Prononcée par M. LHULLIER
attaché au cabinet du Ministre de la Coopération

Avant de prononcer la clôture de ce colloque, il m'est agréable, au nom de M. TRIBOULET, Ministre de la Coopération, de remercier les personnalités qui ont participé à ces journées de la chimie des cafés et plus spécialement encore MM. les représentants des pays étrangers.

Si, sur le plan technique et scientifique, vos travaux doivent éclairer et préciser de nombreux points d'un grand secteur économique, il convient surtout de souligner le caractère international de votre colloque, lequel traduit et affirme l'esprit de coopération qui anime nos pays respectifs. Plus que jamais, dans le domaine et de la science et de la technique, une collaboration étroite s'avère une absolue nécessité pour aboutir au résultat que nous souhaitons et que les Etats bénéficiaires de notre aide attendent comme l'élément favorable à l'évolution de leurs économies,

M. TRIBOULET souhaite donc que ce colloque ne soit qu'une première rencontre et que, dans l'avenir, vous vous retrouviez pour confronter vos travaux.

Enfin, M. le Ministre de la Coopération m'a chargé de féliciter l'Institut Français du Café et du Cacao de son heureuse initiative et plus particulièrement M. COSTE, son éminent Directeur.

Imprimé en France. — Imprimerie JOUVE, 15, rue Racine, PARIS (6^e). — 2-1964
N^o d'édition : 132. — Dépôt légal : 5^e trimestre 1964
