

I. F. C. C.

INSTITUT FRANÇAIS DU CAFÉ ET DU CACAO

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

2

(Paris, 3-7 Mai 1965)

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

Paris 3-7 mai 1965

Liste des participants 5

Séance inaugurale :

Allocution de M. G. MONNET 9
Allocution de M. P. MONBEIG 11
Allocution de M. RATSIMAMANGA 13
Allocution de M. E. ILLY 15

Présentation du colloque par MM. R. COSTE et P. NAVELLIER 17

Compte rendu des commissions 21

Communications :

— A report on the determination of moisture in raw coffee beans, R. F. SMITH 27
— Teneurs comparées en oligosaccharides de quelques variétés de café vert. Etude préliminaire des polysaccharides extractibles par l'eau, J. C. GLOMAUD, F. PERCHERON, J. E. COURTOIS 39
— Compte rendu du groupe de travail sur la détermination du taux de cendres des cafés verts, P. NAVELLIER 44
— Recherche des conditions optimales pour la détermination du taux de cendres du café, P. NAVELLIER, R. BRUNIN, J. P. SARTRE 49
— Considérations sur la détermination de l'extrait aqueux du café torréfié, R. WILBAUX, D. HAHN 55
— Suggestions pour une réglementation du café "piqué", E. ILLY, L. RUZZIER 64
— Premier essai pour reconnaître les grains de café vert défectueux, en les examinant au microscope à rayons X, A. BAIÃO ESTEVES 71
— Situation réglementaire actuelle en France du café et de ses dérivés, R. DEHOVE 78
— Le café et la normalisation, J. DUVAL 84
— Bibliographie du café 1963, H. CIDADE 88
— Rapport sur la constitution d'une association scientifique internationale du café (A.S.I.C.), R. KIEFÉ 91

— Survey of the results obtained in the determination of caffeine in a sample of raw coffee, J. J. L. WILLEMS 97
— Variations of the caffeine content in coffee beverages, F. VERLENGIA, A. RIGITANO 106
— La désignation des qualités organoleptiques du café, J. LE MAGNEN 115
— Méthodes d'étude de la caféinogenèse, J. POISSON 121
— Composition et caractéristiques chimiques de *Coffea* sauvages de Madagascar. I. — Recherches préliminaires sur leur teneur en caféine et isolement de la cafamarine, M. d'ORNANO, F. CHASSEVENT, S. POUGNEAUD 131
— Preliminary report on the tentative organization of an international cooperation in the field of research into the aroma of coffee and especially by gas chromatography, J. E. HEESTERMAN, C. WEURMAN 145
— Caractères analytiques de l'arôme de café, D. REYMOND, G. PICTET, R. H. EGLI 150
— Identification de quelques constituants volatils du café torréfié par la méthode des indices de rétention de Kovàts, F. CHASSEVENT, J. LEBBE, P. CHOVIN 161
— Considerations on the study of the aromatic constituents of roasted coffee, M. A. GIANTURCO, A. S. GIAMMARINO 169
— The identification of the volatile compounds in ground roasted coffee by gas chromatograph, and mass spectrometry, C. MERRITT, D. H. ROBERTSON 183
— Möglichkeiten zur Verbesserung von coffeinhaltigem und coffeinfreiem Kaffee-Extrakt-Pulver, unter Berücksichtigung eines neuen Trocknungsverfahrens, F. ALBANESE ... 191
— Stabilization of coffee flavor by micro-encapsulation, S. LEE 197
— Effets des antioxydants lors de la torréfaction de café Robusta, O. F. KADEN 203
— The measurement of the colour of ground coffee and of instant coffee by means of the Gardner automatic colour difference meter, R. F. SMITH, G. W. WHITE 207
— Les relations entre les défauts des cafés verts ou torréfiés et les qualités à la tasse, R. WILBAUX, D. HAHN 212
— Le café dans la diététique, D. NEDDE 223
— Medical aspects of coffee-drinking, R. ULRICH 233
— On the question of the share of chlorogenic acid, trigonelline and coffee oil in the physiological effects of coffee beverages, G. CZOK 239
— The importance of field processing to the quality of East African coffees, A. E. WOOTTON 247

Rapport de synthèse et résolutions 259

LISTE DES PARTICIPANTS

M^me B. AKEROY	— Research Chemist, Sentralinstitutt for industriell forskning, Forskningsveien 1, Blindern, Oslo (Norvège).
C. E. BARBERA	— Dr Chemistry, Food Technologist, Via Napoli, 166, Arzano (Napoli) (Italie).
H. BATTAULT	— Ingénieur de la Direction Production, Société Rhône-Poulenc, 22, avenue Montaigne, Paris (8^e) (France).
J. BERNARD	— Ingénieur Principal, Centre de Recherches Pechiney - Saint-Gobain, 12-14, rue des Gardinoux, 93-Aubervilliers (France).
R. O. BLENCH	— Directeur, Recherches et Développement, General Foods France (Division Cafés Legal), 41, avenue de Friedland, Paris (8^e) (France).
M^me R. BRUNIN	— Assistante, Laboratoire Municipal de Paris, 39 *bis*, rue de Dantzig, Paris (15^e) (France).
E. BÜRGIN	— Dr ing.-chem., directeur technique, Coffex S. A., CH-8201 Schaffhouse (Suisse).
H. R. CAMBRONY	— Ingénieur en Chef des Services Agricoles FOM, Adjoint au Directeur Général de l'I. F. C. C., 34, rue des Renaudes, Paris (17^e) (France).
M^lle F. CHASSEVENT	— Physicienne, Laboratoires de Recherches de l'I. F. C. C., 45 *bis*, avenue de la Belle-Gabrielle, 94-Nogent-sur-Marne (France).
P. CHOVIN	— Directeur, Laboratoire Municipal de Paris, 39 *bis*, rue de Dantzig, Paris (15^e) (France).
M^me H. T. CIDADE	— Engenheiro Agronomico, Missâo de Estudos Agronomicos do Ultramar, Rua Rodrigo da Fonseca, 103-4^o, Lisboa 1 (Portugal).
R. J. CLARKE	— M. A. (Oxon.), A. M. I. Chem. E., Messrs. Alfred Bird & Sons Ltd., P. O. 236, Devonshire Works, Birmingham 12 (Royaume-Uni).
J. CORVÉE	— Secrétaire Général, Chambre Syndicale des Torréfacteurs de Café, 42, rue Pasquier, Paris (8^e) (France).
R. COSTE	— Directeur Général de l'I. F. C. C., 34, rue des Renaudes, Paris (17^e) (France).
G. CURIAT	— Ingénieur chimiste, AFICO S. A., Petit-Chêne 36, Lausanne (Suisse).
F. CUSTOT	— Directeur, Laboratoire Coopératif d'Analyses et de Recherches, 10, avenue Louis-Roche, 92-Gennevilliers (France).
G. CZOK	— Dr, Physiologisch-Chemisches Institut der Johannes Gutenberg-Universität, 6500 Mainz, Postfach 606 (Allemagne).
J. G. DE HEUS	— Dr, Douwe Egberts, Utrecht (Pays-Bas).
R. A. DEHOVE	— Inspecteur Divisionnaire, Service Central de la Répression des Fraudes et du Contrôle de la Qualité, 42 *bis*, rue de Bourgogne, Paris (7^e) (France).
P. DE MARTIIS	— Ingeniero Quimico, Instituto de Investigaciones Tecnologicas de Colombia, c/o Federación Nacional de Cafeteros de Colombia, Apartado de Correos 1515, Aereo 3938, Bogota (Colombie).
J. DUVAL	— Directeur Général Technique, AFNOR, 23, rue Notre-Dame-des-Victoires, Paris (2^e) (France).
R. H. EGLI	— Directeur, AFICO S. A., Petit-Chêne 36, Lausanne (Suisse).
M^lle P. L. ELBERG	— Dr (Ingénieur de recherche), Unilever Research Laboratorium, Mercatorweg 2, Vlaardingen (Pays-Bas).
A. (BAIÃO) ESTEVES	— Engenheiro Agronomico, Missâo de Estudos Agronomicos do Ultramar, Rua Rodrigo da Fonseca, 103-4^o, Lisboa 1 (Portugal).

J. FATIN — Ing.-chimiste, SOPAD, 17-19, quai Président Paul-Doumer, 92-Courbevoie (France).

I. FLAMENT — Dr ès sciences, Firmenich & Cie., P. O. B. 39 Jonction, Genève (Suisse).

H. GARLOFF — Dr, Laborleiter, General Foods GmbH, 22 Elmshorn/Holst., Postfach 1 (Allemagne).

M. GIANTURCO — Head, Fundamental Research, TENCO, P. O. Box 15, U. S. Route 1, Linden, New-Jersey (Etats-Unis).

J. C. GLOMAUD — Assistant, Faculté de Pharmacie, 4, avenue de l'Observatoire, Paris (6e) (France).

L. H. GREENWOOD-BARTON — Head of Food Section, Tropical Products Institute, 56/62 Grays Inn Road, London W. C. 1. (Royaume-Uni).

Mme D. HAHN — Chimiste-Technologiste, Laboratoires de Recherches de l'I. F. C. C., 45 *bis*, avenue de la Belle-Gabrielle, 94-Nogent-sur-Marne (France).

J. E. HEESTERMAN — Chef des Laboratoires Chimique et Biologique, Département des Recherches Agronomiques, Institut Royal des Régions Tropicales, Mauritskade 63, Amsterdam (Pays-Bas).

J. HELLY — Ingénieur en Chef d'Agriculture, Directeur du Service inter-Etats de Contrôle du Conditionnement de l'Union Douanière Equatoriale, Direction du Contrôle du Conditionnement, B. P. 663, Pointe-Noire (Congo/Brazza).

E. ILLY — Dr en chimie, Président de Illycaffè S. p. A., via Giulia 92, Trieste (Italie).

M. JANOT — Directeur de l'Institut de Chimie des Substances Naturelles du C. N. R. S., 91-Gif-sur-Yvette ; Professeur à la Faculté de Pharmacie, 4, avenue de l'Observatoire, Paris (6e) (France).

V. JANS — Ingénieur en Chef, Directeur des Laboratoires du Ministère des Finances, 1, rue Gabriel-Vicaire, Paris (3e) (France).

O. F. KADEN — Dr, Inhaber des Forschungslabors für Kaffee und Kakao und der Chemieschule Dr Klinger, Hamburg 13, Hallerstrasse 54 (Allemagne).

Mlle U. KADEN — Ingenieur, Forschungslabor für Kaffee und Kakao, Hamburg 13, Hallerstrasse 54 (Allemagne).

U. P. KASSEL — Attaché de Direction, Société Cafesa, 72, rue de la Plaine des Bouchers, 67-Strasbourg-Meinau (France).

R. KIEFÉ — Avocat à la Cour d'Appel de Paris, Conseiller Juridique de l'I. F. C. C., 51, rue de Maubeuge, Paris (9e) (France).

J. LEBBE — Ingénieur, Service de Salubrité Publique et Industrielle, Laboratoire Municipal de Paris, 39 *bis*, rue de Dantzig, Paris (15e) (France).

J. LE MAGNEN — Directeur Scientifique au C. N. R. S., Directeur de Laboratoire au Collège de France, 11, place Marcelin-Berthelot, Paris (5e) (France).

H. S. LEVENSON — Director, Coffee Research, General Foods Corporation, Technical Center, Tarrytown, N. Y. (Etats-Unis).

H. LEVIN HANSEN — Head, Flavour Department, Biocentralen, Bülowsvej 13, Copenhagen V (Danemark).

P. MALANGEAU — Professeur de Chimie analytique, Faculté de Pharmacie, 4, avenue de l'Observatoire, Paris (6e) (France).

MARTIN — Ingenieur, Lurgi-Wäerme, Frankfurt (Allemagne).

J. MINELLE — Technologiste, Laboratoires de recherches de l'I.F. C. C., 45 *bis*, avenue de la Belle-Gabrielle, 94-Nogent-sur-Marne (France).

A. MOREAU — Fondé de Pouvoirs, SOPAD, 17-19, quai Président Paul-Doumer, 92-Courbevoie (France).

P. NAVELLIER — Chef du Service Bromatologie, Laboratoire Municipal de la Ville de Paris, 39 *bis*, rue de Dantzig, Paris (15e) (France).

D. NEDDE — Dr phil., Hag Aktiengesellschaft, Wissenschaftliche Abteilung, 28 Bremen, Hagstrasse (Allemagne).

G. NOACHOVITCH — Maître de Conférences Honoraire à l'I. N. A., 9, avenue Georges-Clemenceau, 94-Nogent-sur-Marne (France).

NONNENMACHER — Ingenieur, Lurgi-Wäerme, Frankfurt (Allemagne).

J. M. NORTHMORE — Agricultural Chemist, Coffee Research Foundation, Coffee Research Station, P. O. Box 4, Ruiru, Kenya (Afrique Orientale).

M. d'ORNANO — Chef de la Division de Chimie, Laboratoires de Recherches de l'I. F. C. C., 45 *bis*, avenue de la Belle-Gabrielle, 94-Nogent-sur-Marne (France).

R. PARIS — Professeur, Faculté de Pharmacie, 4, avenue de l'Observatoire, Paris (6e) (France).

F. PERCHERON — Professeur agrégé, Faculté de Pharmacie, 4, avenue de l'Observatoire, Paris (6e) (France).

G. PICTET — Dr ès sciences, AFICO S. A., Petit-Chêne 36, Lausanne (Suisse).

M. PIELLARD — Inspecteur Général Honoraire ORSTOM, 7, square Emilie-Tillion, 94-Le Parc St-Maur (France).

C. A. PLATEL — Chimiste, Fédération Nationale des Syndicats de Torréfacteurs de Café, 3, rue de Copenhague, Paris (8e) (France).

J. POISSON — Maître de Conférences, Faculté de Pharmacie, 4, avenue de l'Observatoire, Paris (6e) (France).

Mlle S. POUGNEAUD — Aide-Chimiste, Laboratoires de Recherches de l'I. F. C. C., 45 *bis*, avenue de la Belle-Gabrielle, 94-Nogent-sur-Marne (France).

D. REYMOND — Dr ès sciences, AFICO S. A., Petit-Chêne 36, Lausanne (Suisse).

G. C. ROBBA — Directeur, Usine Motta France, avenue de la 2e D. B., 61-Argentan (France).

A. J. (CORTE DOS) SANTOS — Ingénieur Agronome, Chef du Département de Technologie, Instituto do Café de Angola, C. P. 342, Luanda (Angola).

J. P. SARTRE — Chimiste, Laboratoires de Recherches de l'I. F. C. C., 45 *bis*, avenue de la Belle-Gabrielle, 94-Nogent-sur-Marne (France).

G. SCHMIDT — Directeur Technique, Société Cafesa, 72, rue de la Plaine des Bouchers, 67-Strasbourg-Meinau (France).

J. SIMON — Directeur, Méthodes et Contrôles, Ets Damoy, 17, rue J.-J.-Rousseau, 94-Ivry (France).

R. F. SMITH — Research Chemist, J. Lyons & Co Ltd., The Laboratories, 149, Hammersmith Road, London W. 14 (Royaume-Uni).

R. STOLL — Chef de la Division Exportations, Coffex S. A., CH-8201 Schaffhouse (Suisse).

D. A. STRANG — Process Development Group Leader, The Folger Coffee Co, 6000 Center Hill Rd., Cincinnati, Ohio 45224 (Etats-Unis).

H. STREULI — Dr, Thomi & Franck AG, Basel (Suisse).

K. F. SYLLA — Dr, Hag Aktiengesellschaft, Wissenschaftliche Abteilung, 28 Bremen, Hagstrasse (Allemagne).

H. THALER — Dr, Direktor des Instituts für Lebensmittelchemie der Technischen Hochschule, 33 Braunschweig, Fasanenstrasse 3 (Allemagne).

G. THOMAS — Ingénieur Chimiste, Ets J. J. Carnaud et Forges de Basse-Indre, 71, avenue Edouard-Vaillant, 92-Billancourt (France).

R. ULRICH — Dr med., Conseiller de Santé Principal, 28 Bremen, Friedrich Missler Strasse 7 (Allemagne).

F. VERLENGIA — Engenheiro Agronomico (Quimica de Alimentos), Instituto Agronomico, Centro Tropical de Pesquisas e Tecnologia de Alimentos, Caixa Postal 28, Campinas, São Paulo (Brésil).

O. G. VITZTHUM — Dr, Diplomchemiker, Hag Aktiengesellschaft, Wissenschaftliche Abteilung, 28 Bremen, Hagstrasse (Allemagne).

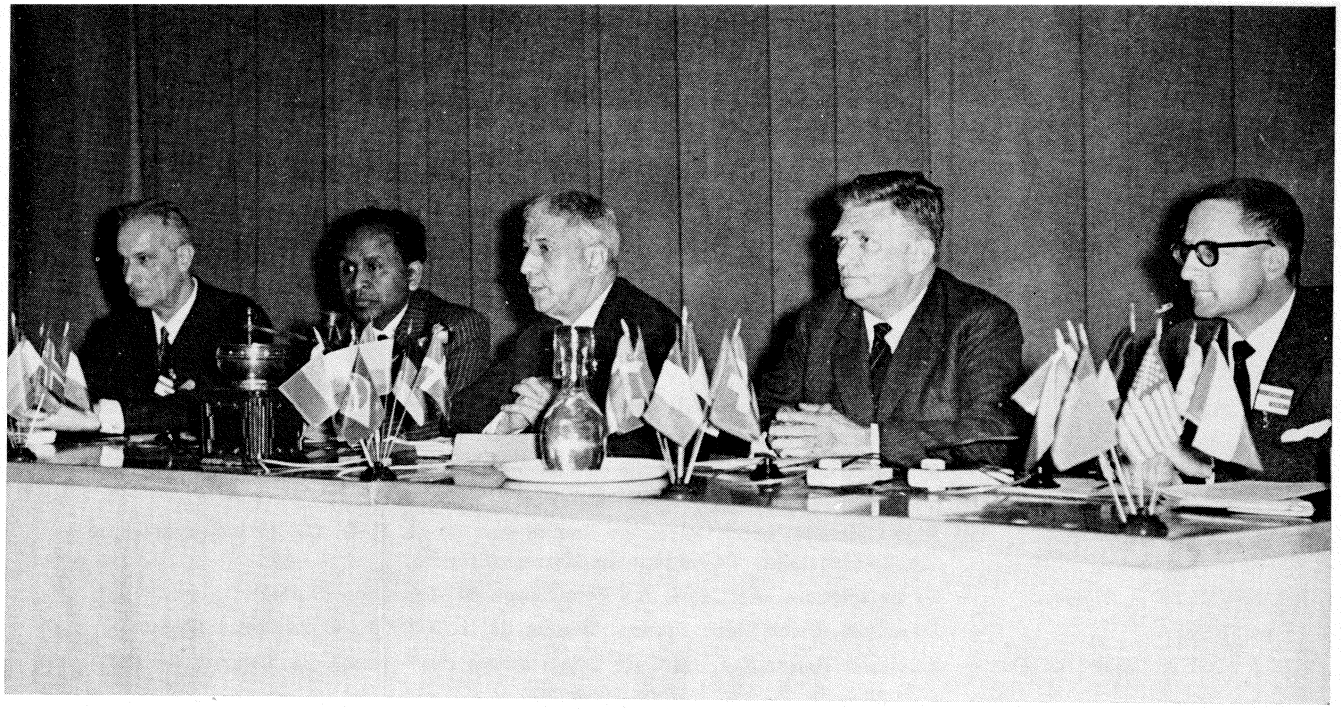
C. WEURMAN — Dr, Head Aroma Department, Central Institute for Nutrition and Food Research, T. N. O., Utrechtseweg 48, Zeist (Pays-Bas).

R. WILBAUX — Chef de la Division de Technologie, Laboratoires de Recherches de l'I. F. C. C., 45 *bis*, avenue de la Belle-Gabrielle, 94-Nogent-sur-Marne (France).

J. J. L. WILLEMS — Dr, Central Institute for Nutrition and Food Research T. N. O., Utrechtseweg 48, Zeist (Pays-Bas).

M. WINTER — Dr, Firmenich & Cie, P. O. B. 39 Jonction, Genève (Suisse).

A. E. WOOTTON — Principal Scientific Officer, East African Industrial Research Organization, P. O. Box 1587, Nairobi, Kenya (Afrique Orientale).



M. Georges MONNET, ancien ministre, président d'honneur de l'I. F. C. C., prononce l'allocution de bienvenue.

De gauche à droite, *M. R. COSTE, directeur général de l'I. F. C. C., Son Excellence M. RATSIMAMANGA, ambassadeur de la République Malagasy à Paris ; M. G. MONNET ; M. P. MONBEIG, directeur adjoint au C. N. R. S., M. E. ILLY, président de la société Illycaffè).*

SÉANCE INAUGURALE

ALLOCUTION de M. G. MONNET

Ancien Ministre
Président d'honneur de l'I. F. C. C.

C'est pour moi un grand honneur, et en même temps un très vif plaisir, d'avoir été appelé par l'Institut Français du Café et du Cacao à ouvrir cette séance, car je me souviens de la grande réussite de la réunion précédente qui s'est tenue, il y a tout juste deux ans, à Nogent-sur-Marne. J'avais alors enregistré avec beaucoup de satisfaction l'intérêt qu'avaient déjà porté les délégués de nombreux pays aux travaux de cette première rencontre et, ayant moi-même, vous le savez, des liens étroits avec l'Institut, j'avais éprouvé quelque fierté à constater que l'initiative de M. COSTE et de ses collaborateurs avait si complètement réussi, que vous aviez été unanimes à souhaiter que cette première rencontre de Nogent-sur-Marne ne fût que le début d'une série de rencontres internationales, au cours desquelles vous continueriez à examiner des problèmes qui sont pour tous les producteurs de café d'un intérêt si considérable.

M. TRIBOULET, Ministre délégué chargé de la Coopération, aurait aimé venir présider cette séance inaugurale. Il ne l'a pas pu, mais il viendra certainement présider une de vos séances de travail.

En vous exprimant ma joie de vous accueillir, je veux que mes premières paroles soient aussi pour dire au C. N. R. S. combien nous lui sommes reconnaissants d'avoir mis à notre disposition une salle si bien installée et si agréable. Si vous le voulez bien, M. MONBEIG, dites de notre part à M. JACQUINOT que nous lui sommes extrêmement reconnaissants de l'accueil qu'il nous réserve.

Je voudrais saluer tout particulièrement les représentants des pays africains. Pardonnez-le moi, puisque je demeure le Conseiller personnel de M. HOUPHOUËT-BOIGNY, dans cette Côte d'Ivoire pour laquelle le café est une des productions essentielles. Je veux particulièrement, dans la personne de son Ambassadeur, M. RATSIMAMANGA, saluer Madagascar qui est aussi un des grands pays de la zone franc à s'intéresser au développement du café. Sans doute éprouvons-nous un peu de regret à ce que les pays africains producteurs ne soient pas tous représentés. Il est certain que ces problèmes techniques n'ont pas encore suffisamment accroché l'intérêt de la jeunesse étudiante africaine bien que, M. l'Ambassadeur, vous qui appartenez à cette maison, vous sachiez les efforts que nous poursuivons dans nos instituts de recherches pour intéresser toujours davantage vos étudiants et les diriger vers la recherche. Il serait souhaitable que l'élite de tous ces pays, qui trouvent un si grand intérêt dans la production du café, comprenne qu'il ne suffit pas de savoir localement en assurer la production, mais qu'il faut s'intéresser à tout ce qui peut développer son utilisation, l'améliorer pour le valoriser et en faciliter l'écoulement.

Ce regret étant exprimé, je tiens à constater que les pays producteurs américains et africains sont néanmoins ici largement représentés, ce qui est bien naturel puisqu'ils viennent à la fois apporter leur collaboration à vos travaux et manifester leur reconnaissance à ceux qui consacrent leur existence à rechercher les procédés qui permettent de tirer du café tout ce qui peut en accroître les débouchés, qu'il s'agisse du produit lui-même ou de l'utilisation de ses sous-produits. Vos travaux et les nouvelles techniques qui en découleront doivent permettre en particulier une récupération des arômes susceptibles d'accroître la saveur du café et d'inciter les consommateurs à en boire toujours davantage.

Car, vous le savez tout aussi bien que moi, le problème de l'écoulement d'un produit dont la production continue à être toujours croissante est redevenu d'une gravité extrême. Après une période où il avait semblé

que le marché reprenait, que les grands stocks accumulés pendant les exercices précédents se résorbaient, nous sommes revenus dans un temps où le phénomène de surproduction est évident et où un problème économique des plus graves se pose pour les pays producteurs. C'est un lieu commun, sur lequel je n'insisterai pas, de dire que pour tous les pays en voie de développement, il est encore plus important de pouvoir écouler leurs récoltes que de recevoir les subsides des grands pays industriels. Le meilleur service que les pays qui jouissent de revenus importants peuvent rendre aux pays producteurs de produits de base comme le café, c'est d'être des clients, des clients payant des prix satisfaisants et qui assurent à ces régions les revenus dont elles ont besoin.

Vos recherches présentent dans ce domaine un grand intérêt puisque, sans avoir eu le temps d'étudier les rapports dont M. COSTE m'a parlé, je sais qu'un certain nombre d'entre eux ont trait à des procédés susceptibles de faciliter l'utilisation du café. L'I. F. C. C. est un institut que j'ai tenu (je crois pouvoir le dire) sur ses fonds baptismaux lorsque j'ai aidé M. COSTE à obtenir l'autonomie qui lui manquait quand il était au sein de l'O. R. S. T. O. M. Ce sont d'ailleurs les Etats africains eux-mêmes qui ont le plus vivement réclamé la création d'un institut autonome du café et du cacao. C'est de la Côte d'Ivoire qu'est venue la première affirmation de la nécessité de créer pour le café et le cacao, comme il en existait pour les oléagineux, les textiles, les fruits, un institut de recherches tout à fait indépendant, vivant en communion étroite avec les pays producteurs. Ce fut un des premiers actes de la Côte d'Ivoire accédant à l'indépendance de provoquer la création de l'Institut de recherches du Café et du Cacao. Les autres pays africains ont ensuite adopté la même voie et maintenant l'implantation de l'Institut est générale dans les pays de langue française intéressés par ces productions.

Aujourd'hui tous ces pays considèrent les instituts comme leur chose. Les instituts de recherches, qui ont été à l'origine une création métropolitaine, restent largement subventionnés par le budget français. C'est la France, en effet, qui continue à régler leurs frais généraux, et en particulier les frais engagés dans leurs implantations centrales de Paris. Mais leurs dépenses sont prises en charge pour 50 % par les budgets de chaque pays intéressé lorsqu'il s'agit de leurs actions locales. Ceux d'entre vous qui ont pu venir en Côte d'Ivoire ou dans les autres pays où l'Institut du Café et les autres instituts se trouvent implantés, auront pu juger de la véritable fierté — on peut vraiment dire du sentiment de possession — que ces pays manifestent à l'égard de leurs instituts. Et si je regrettais tout à l'heure que nous n'ayons pas plus de techniciens d'origine autochtone et que les cadres soient dans l'ensemble des cadres des assistances techniques européenne ou américaine, qui mettent à la disposition de la recherche outre-mer le maximum de techniciens possible, il n'en est pas moins vrai, je le répète, que les Etats concernés se sentent tout à fait solidaires de l'action poursuivie par les instituts et je suis bien persuadé que vos travaux, même pour les pays qui ne sont pas ici représentés, seront suivis avec le plus grand intérêt.

Mais il est temps de laisser M. COSTE prendre la direction de vos débats. Il désire demander à M. MONBEIG et au Docteur ILLY de dégager les grandes lignes du colloque qui va s'engager. Et je veux simplement conclure en vous répétant combien il est pour moi satisfaisant, non seulement de retrouver ici les personnalités qui s'étaient réunies il y a deux ans, mais de constater que le prestige gagné par vos premiers travaux a conduit le C. N. R. S. à vous accorder l'hospitalité, et a décidé beaucoup d'autres congressistes à se joindre aux premiers pour faire de cette nouvelle rencontre une réunion scientifique et technique qui réponde pleinement aux espoirs et aux efforts de l' I. F. C. C. C'est une grande joie pour nous de sentir ainsi s'affirmer l'autorité de l'Institut Français du Café et du Cacao dans le domaine de la recherche internationale et de constater que le prestige des instituts de recherches français s'affirme aussi dans les autres disciplines. C'est la meilleure récompense qui puisse être donnée à tous ceux qui, à l'intérieur de nos instituts, se consacrent à en accroître d'année en année l'efficacité et le rayonnement. Je ne doute pas que ce deuxième colloque sur la chimie des cafés ne réponde pleinement aux vœux de ses participants.

ALLOCUTION M. P. MONBEIG

Directeur adjoint au Centre National de la Recherche Scientifique (Paris)

Monsieur le Ministre, Mesdames, Messieurs,

A vrai dire je suis un peu effrayé d'avoir à prendre la parole après le Président de l'Institut du Café, parce qu'il est le « right man », parce qu'il est, de par ses activités, au fait de tous les problèmes concernant les caféiers et le café, alors que le Directeur adjoint au C. N. R. S. pour les sciences humaines est quelque peu éloigné de ces problèmes. Ma présence ici, je dois le dire, est surtout le fruit de l'amitié, de l'amitié qui me lie à M. COSTE et à M. NAVELLIER. Vous savez que l'on est toujours trahi par ses amis, on peut se charger de ses ennemis, je crois que je n'en ai pas, mais on est certainement trahi par ses amis, et c'est bien ce qu'ils ont fait en me demandant de momentanément prendre la parole devant vous. Donc, accusez-les et ne m'en veuillez pas.

Si l'amitié est déjà une excuse à ma présence et à mes propos, peut-être, tout de même, puis-je invoquer une seconde explication : il se trouve que j'ai passé d'assez longues années de ma vie dans l'un des pays dont le nom est associé au café, au Brésil, et plus particulièrement à São Paulo. Il se trouve aussi, qu'étant géographe, je me suis tout spécialement intéressé aux problèmes économiques du café au Brésil, et plus précisément encore aux problèmes liés au déplacement perpétuel des plantations de café, depuis les régions proches du littoral brésilien, à la latitude de Rio de Janeiro et de São Paulo, jusque vers le Brésil central et en direction même du Brésil méridional, phénomène complexe, puisque pour essayer de le comprendre il faut tenir compte à la fois des facteurs écologiques et des conjonctures économiques, et aussi d'une certaine mentalité propre au planteur de café. Et bien sûr, lorsque j'ai eu la chance d'aller soit en Afrique, soit chez vous, M. l'Ambassadeur, soit dans des pays d'Amérique Latine autres que le Brésil, je n'ai pas manqué de m'intéresser aux problèmes géographiques du café.

Vous voyez donc que, tout de même, je ne suis pas un simple consommateur de café. Ayant vécu au Brésil, j'adore le « cafezinho », mais évidemment je n'entends rien à la chimie du café. Et je me sens donc un peu un intrus dans votre réunion. Toutefois, lorsque M. COSTE et M. NAVELLIER m'ont parlé de votre colloque, voici quelques mois, et qu'ils m'ont indiqué combien il pourrait être gênant que la localisation de ce colloque soit à Nogent-sur-Marne, en dépit de tout ce que Nogent offre d'intéressant pour les spécialistes des plantes et de l'agriculture tropicales, lorsqu'ils m'ont signalé ces difficultés, il m'a paru tout à fait normal de demander au Directeur général du C. N. R. S. de vous ouvrir les portes de cette salle.

En effet, le C. N. R. S., beaucoup d'entre vous le savent déjà, a été créé et s'est développé pour encourager, faciliter la recherche fondamentale dans toutes les branches de la science, qu'il s'agisse des sciences exactes, des sciences naturelles ou des sciences humaines. Or, nous savons tous, et nous le savons de mieux en mieux, qu'il n'y a pas de barrière entre la recherche fondamentale et la recherche technique. Ces problèmes de frontières sont aussi dépassés que devraient l'être ceux des frontières politiques. Lorsque l'on veut tirer argument de ces frontières c'est, en fait, pour retarder la marche de nos connaissances et, par conséquent, retarder l'amélioration — je n'ose pas employer le mot de progrès qui malheureusement est quelque peu dévalué — de nos situations et l'amélioration des conditions des différents peuples. Or, comme le disait tout à l'heure avec beaucoup de raison M. le Ministre, pour les pays producteurs de café, la situation est actuellement, comme elle l'a été à plusieurs reprises, une situation critique, étant donné l'expansion des plantations de café dans la plupart des pays tropicaux et étant donné que la consommation ne s'accroît pas au même rythme que la production. Il s'agit donc de trouver soit de nouveaux débouchés à cette production, soit d'accroître la consommation.

Et pour cela, la recherche est un outil indispensable. Cette même recherche qui, dans certains cas, a été à l'origine de maintes difficultés pour les régions tropicales — je pense par exemple à la recherche qui a abouti au développement des industries de textiles artificiels, je pense aux recherches qui ont débouché sur la fabrication du caoutchouc synthétique — ; eh bien vous, au contraire, Messieurs, il me semble que vous avez un rôle très différent à jouer, c'est celui d'utiliser la recherche, non pas pour qu'elle aboutisse à créer des difficultés pour les régions tropicales et pour les peuples des régions tropicales, mais pour qu'au contraire elle vienne les aider et qu'elle vienne leur permettre d'accélérer ce développement sur la voie duquel ces pays et ces populations se sont déjà engagés. En somme, vos recherches scientifiques et techniques débouchent très directement sur des problèmes humains. Je crois qu'il en est toujours ainsi ; tout à l'heure j'évoquais les fausses barrières entre science fondamentale et recherche technique ; je crois que je pourrais également évoquer les fausses barrières entre les sciences et les sciences humaines. Les uns comme les autres, nous œuvrons dans le même esprit, avec le même désir, celui d'accroître nos connaissances, mais non pas pour le simple plaisir de les accroître, pour qu'elles aient quelque utilité. Et pour qu'elles se développent, ces connaissances, pour qu'elles soient vraiment utiles, sans doute est-il indispensable qu'elles soient conduites dans un esprit scientifique — c'est-à-dire dans un esprit d'une très grande objectivité : il ne s'agit pas de recherches orientées, il ne s'agit pas de recherches destinées immédiatement à servir à quelque chose, nous savons que les recherches servent infailliblement, mais elles servent vraiment à tous si elles n'ont pas été télécommandées et dirigées. Car une recherche télécommandée, une recherche dirigée est une recherche partielle, et une recherche partiale.

Puisque tel est je crois l'esprit de tous ceux qui actuellement, de par le monde, aussi bien dans les pays hautement industrialisés et dotés d'un très grand appareil scientifique que dans les pays du tiers-monde, puisque partout pour vous cet état d'esprit règne, il était tout à fait juste que les portes du C. N. R. S. vous soient ouvertes. Permettez-moi, Messieurs, de vous dire combien je me réjouis que vous ayez accepté cette hospitalité que nous vous avons offerte de très grand cœur ; permettez-moi, M. le Ministre, de vous adresser à vous personnellement tous mes vœux pour le succès de ce colloque et j'espère qu'après être allés soit dans un autre pays européen, soit ailleurs hors d'Europe, vous reviendrez à nouveau tenir un autre colloque très brillant au C. N. R. S., qui vous souhaite la bienvenue.



Un groupe de participants à l'issue d'une séance du 5 mai.

ALLOCUTION de Son Excellence M. RATSIMAMANGA

Ambassadeur à Paris de la République Malagasy

Monsieur le Ministre, Monsieur le Président, Mesdames, Messieurs,

Je ne m'attendais pas du tout à prendre la parole ce matin, mais je pense, étant donné ce qui vient d'être dit par M. le Ministre MONNET, qu'il est de mon devoir de dire quelques mots. Je ne sais comment, d'abord, vous remercier de l'honneur que vous me faites, et à travers moi à l'Afrique et à Madagascar, de m'avoir invité aujourd'hui pour participer à ce colloque. J'en suis très heureux, pourquoi ?

D'abord, comme je vous l'ai dit, parce que je représente les pays africains, mais ensuite aussi en ma qualité de chercheur, car j'appartiens au C. N. R. S. depuis trente ans. Et ma joie est d'autant plus grande qu'en effet, depuis de longues années, je désirais (et je l'ai déjà dit à la haute direction du C. N. R. S.) qu'il y ait une collaboration étroite entre les instituts privés, entre l'ORSTOM, entre le muséum et le C. N R. S. lui-même. Je crois qu'aujourd'hui notre désir se trouve réalisé, et je veux remercier M. JACQUINOT. Je vous prie, M. le Ministre, de transmettre à M. JACQUINOT mes vifs remerciements pour avoir bien voulu accepter que les réunions concernant les recherches scientifiques sur le café aient lieu dans cette maison.

Ceci dit, qu'il me soit permis aussi de rendre hommage aux efforts qui ont été faits aussi bien en Afrique qu'à Madagascar, non seulement depuis l'indépendance de ces pays, mais déjà depuis plus d'une trentaine d'années. J'ai pu constater que les recherches qu'on a faites, et qu'on fait, sur le café sont des recherches extrêmement sérieuses et en tant que directeur de recherches ici, au C. N. R. S., je peux donc — même si ce n'est pas tellement mon domaine — apprécier les résultats.

Souvenez-vous, M. le Ministre, il y a dix ans, quand je vous ai rencontré à cet institut dans les environs d'Abidjan, je vous ai dit : « vous êtes dangereux pour Madagascar, car vous allez produire énormément de café ». Evidemment, c'est ce qui s'est passé. Mais la recherche c'est cela, nous n'y pouvons rien. Il appartient aux malgaches, d'ailleurs, de se défendre, et ils se défendent bien. Et en réalité, dans ce monde, il y a de la place pour tous. Il n'y a pas du tout d'animosité, sur le plan de la recherche scientifique, entre Madagascar et la Côte d'Ivoire, au contraire : il y a non seulement émulation, mais entente réelle. Et voilà le premier point sur lequel je vais insister, sur la nécessité de coordonner les recherches.

La coordination entre les divers instituts de recherches et le C. N. R. S., à la section de physiologie, nous l'avons toujours prônée. Je me permettrai de vous dire que le C. N. R. S. participe à la recherche sur le café. Evidemment en ce qui concerne la recherche, comme a dit M. MONBEIG tout à l'heure, « téléguidée », appliquée, évidemment le C. N. R. S. n'y participe pas. Mais dans des recherches fondamentales, avec le muséum, avec l'ORSTOM, eh bien en parcourant le bulletin analytique du C. N. R. S., vous verrez qu'il y a beaucoup de chercheurs — relativement, naturellement — qui s'occupent si vous voulez du café d'une façon très indirecte, en étudiant justement soit la caféine, soit les sous-produits du café. En ce qui concerne les chercheurs africains, vous avez, M. le Ministre, exprimé le regret de ne pas en voir davantage dans cette salle. Evidemment, c'est dans les instituts mêmes qu'ils se forment ; souvenez-vous M. le Ministre, il y a dix ans, je vous ai dit : « mettez donc un peu plus d'africains dans votre institut de recherches à Abidjan ». Quant aux malgaches, eh bien il y a une véritable collaboration dans les instituts, entre les chercheurs français et les chercheurs malgaches. De plus, les compagnies caféières, à l'heure actuelle, forment des ingénieurs au Havre.

Avant de terminer mon intervention, je reviendrai sur le fait très important qu'est la nécessité de la coordination de la recherche. M. MONBEIG a dit tout à l'heure, et avec raison, qu'il ne s'agit pas de faire une recherche appliquée à part. Mais la recherche est une ; il n'y a pas

de différences entre la recherche fondamentale et la recherche appliquée, c'est une mauvaise notion. Et nous avons redressé ici, au C. N. R. S. même, cette idée de vouloir mettre de côté la recherche appliquée comme si ce n'était pas une recherche. On ne peut pas faire une application quelconque si on n'a pas une base fondamentale. Et quand je parcours vos publications, les publications qui ont été faites par les chercheurs de l'Institut du Café, je peux vous dire — vous savez je suis un vieux chercheur, un rat de laboratoire, c'est par accident que je suis devenu ambassadeur — que les recherches effectuées sont des recherches réellement fondamentales. Vos chercheurs sont récemment allés étudier les caféiers sans caféine de mon pays, il y en a treize ; ils ont dû se pencher sur des problèmes de génétique, des problèmes de sol. Personnellement, il me semble que c'est sous l'angle génétique qu'il faut aborder le problème. Dans le cadre de la mévente du café, il faut étudier la qualité, l'utilisation des sous-produits : pas seulement la caféine, mais la théobromine, etc...

Mais outre la coordination, il faudrait des crédits, car en tant qu'institut vous ne pouvez supporter seuls les frais de telles recherches.

Je termine en vous remerciant d'avoir bien voulu m'accueillir ici et en remerciant en particulier M. COSTE, qui est l'âme de cet institut. Les pays d'Afrique et Madagascar vous sont à vous tous très reconnaissants, car vous êtes, Mesdames et Messieurs, les artisans de leur indépendance. Par vos travaux vous permettez ce qu'on appelle l'évolution sociale et la promotion sociale.



M. TRIBOULET, Ministre de la Coopération, venu participer à une séance de travail, est accueilli par M. COSTE.

ALLOCUTION de M. E. ILLY

Président de la société Illycaffè (Trieste)

Monsieur le Président, Mesdames, Messieurs,

J'ai eu l'honneur d'être chargé par M. COSTE de présenter brièvement ce deuxième Colloque sur la Chimie du Café, du point de vue d'un industriel.

Je vais donc vous soumettre quelques réflexions sur deux points particuliers : tout d'abord, je tenterai d'évaluer les répercussions que l'initiative de l'Institut Français du Café a eu dès sa naissance et ensuite d'examiner ce que pourra être sa tâche dans l'avenir.

A la première question : « Quel rôle le Colloque a-t-il joué dans le passé ? », il est facile de répondre. L'action de l'I. F. C. C. peut être comparée à la création d'un champ de forces magnétiques, dont la particularité remarquable est la capacité de polariser les pôles qui y sont situés. Il y a trois ans encore, il existait ici et là des poètes solitaires de la recherche qui, avec beaucoup de peine et peu de satisfactions, consacraient leurs efforts à la cause du café, en accomplissant souvent un travail remarquable, mais sans la possibilité d'en faire part aux autres ni de pouvoir profiter des recherches de ceux-ci.

Aujourd'hui, ces hommes se sont rencontrés, ils ont fait connaissance, ils se sont mesurés et appréciés, ils se sont communiqué leurs déceptions et leurs victoires, ils se sont proposés un but, ils ont échangé une promesse ; en un mot, ils ont commencé un travail d'équipe. C'est un point de départ fondamental, dont nous pourrons évaluer pleinement les répercussions seulement dans quelque temps ; nous pouvons toutefois déjà dire, avec satisfaction et en nous félicitant avec les organisateurs, que le Colloque, à sa seconde session, constitue déjà un point de repère sûr. Son retentissement a dépassé le milieu des hommes de science et des chercheurs et chez les industriels on remarque un intérêt envers les sujets de notre recherche, ce qui aurait été inimaginable il y a quelques années. Les fonctionnaires et les législateurs de plusieurs pays commencent à désirer une plus grande uniformité dans les lois et dans les méthodes d'évaluation et d'analyse et sentent surtout la nécessité d'un organisme auquel s'adresser pour en recevoir des données claires et objectives qui puissent être traduites en règles simples et efficaces.

En conclusion, nous constatons un résultat positif, extrêmement positif.

Si nous passons au second point et que nous nous demandons quel devra être le chemin à parcourir dans l'avenir, nous nous rendons immédiatement compte que les tâches qui nous attendent sont bien plus vastes que celles qui ont déjà été accomplies. Je voudrais cependant suggérer une ligne générale qui, à mon avis, doit nécessairement constituer le leitmotiv de tout ce que nous envisagerons comme objectif commun de recherche : **la valorisation de la qualité**.

Il faut considérer, à ce propos, que les résultats de la recherche scientifique appliquée à la production industrielle, caractérisant notre époque, ont eu pour conséquence l'augmentation énorme des quantités produites avec la correspondante diminution des prix.

Mais qu'est-il advenu de la qualité, cette éphémère et insaisissable fille de la civilisation et du progrès, cette fée qui enchante la vie des hommes, qui ajoute à la vie humaine une dimension qui n'a pas de prix ? Ne pouvant pas être mesurée en termes absolus, elle a souvent été mise de côté, ou, du moins, on s'est efforcé de la rendre inoffensive en l'emprisonnant dans des limites extrêmement étroites, à n'importe quel niveau.

Les résultats de cette politique sont sans doute positifs dans le domaine des produits autrefois réservés à quelques privilégiés ; ils ne le sont pas dans le domaine des aliments et des boissons qui sont consommés presque exclusivement pour la sensation agréable qu'ils procurent et non par nécessité. Des prix satisfaisants et des quantités abondantes sont des buts insuffisants lorsqu'il s'agit de produits de luxe. Jamais un public au goût raffiné et sensible n'acceptera un café de mauvaise qualité, insulte au palais et à l'estomac.

Ceux qui se sont habitués peu à peu à un mauvais café l'acceptent peut-être avec résignation ; mais personne ne pourra convaincre un jeune, dont le goût n'a pas encore été déformé par l'habitude et qui est psychologiquement libre de choisir parmi les boissons variées que le marché lui offre en nombre toujours croissant, d'absorber un mauvais café. En d'autres termes, abaisser la qualité d'un produit qui n'est pas de première nécessité, c'est provoquer sa disparition à plus ou moins longue échéance.

Le symbolisme si riche et si charmant qui se rattache au café — évocateur, par exemple, de scènes familiales intimes, ou expression de sympathie et d'amitié — ne pourra être conservé que si on respecte la sensibilité des consommateurs en leur offrant une boisson qui soit vraiment digne d'être bue ! Sinon, le symbolisme finira par contenir un élément négatif qui agira au détriment du café avec toutes les conséquences que cela comporte pour l'économie des pays producteurs et pour l'industrie des pays consommateurs.

Sur la base de ces considérations, je pense que la tâche qui nous attend dans l'avenir est de mettre la recherche scientifique au service de la qualité, afin de défendre la consommation du café, dont dépend le sort économique de nations entières.

La tâche qui nous attend est de mettre nos connaissances au service des législateurs afin qu'ils répriment inflexiblement l'action de ceux qui ne cherchent qu'à augmenter leur profit au maximum, dans le plus bref délai, menaçant ainsi de détruire une habitude qui est source de richesse et de civilisation.

La tâche qui nous attend est de rappeler aux industriels que la matière première des produits de luxe est le plaisir qu'ils donnent, et de les inviter à rendre la dégustation du café une expérience toujours plus agréable.



PRÉSENTATION DU SECOND COLLOQUE

R. COSTE

Directeur Général de l'Institut Français du Café et du Cacao (I.F.C.C.)



Monsieur le Président, Mesdames, Messieurs,

Après la séance d'ouverture, officielle et solennelle, de cette matinée, je voudrais vous exprimer toute la satisfaction que mon ami Pierre NAVELLIER et moi-même éprouvons devant l'élargissement considérable du nombre de participants au Second Colloque, comparativement au premier ; et ensuite vous souhaiter personnellement et très cordialement la bienvenue. Je voudrais également joindre mes remerciements personnels à ceux qui ont été exprimés ce matin à l'égard de M. JACQUINOT, Directeur général du C. N. R. S., et de son collaborateur, M. le Professeur MONBEIG, auxquels nous devons de tenir nos assises cette semaine dans cette magnifique salle de conférence, exceptionnellement bien équipée. Pour ma part, cette facilité m'apparaît, en quelque sorte, comme la consécration de l'orientation scientifique des travaux du Colloque et tend à élever cette manifestation au niveau des grandes rencontres scientifiques internationales. Nous tous, qui appartenons à la grande famille des scientifiques du café, ne pouvons que nous en réjouir.

Avant de vous rendre compte de mon mandat de secrétaire général je pense qu'il n'est pas inutile, à l'intention des nouveaux participants, de dire quelques mots sur l'historique de ce Colloque. Je m'excuse cependant de cette redite auprès des premiers participants. C'est avec la création dans la région parisienne des laboratoires de recherches de chimie et de technologie de l' I. F. C. C., particulièrement spécialisés dans les études des cafés et des cacaos, que l'idée de provoquer une rencontre entre quelques spécialistes de la chimie du café nous est venue, à M. NAVELLIER et à moi-même. En effet, pour élaborer le programme des recherches de ces laboratoires, nous avons pensé que, comme dans toute recherche, il serait bon de procéder d'abord à un inventaire des travaux réalisés et ensuite d'essayer, compte tenu des desiderata exprimés par les Etats pour lesquels l' I. F. C. C. travaille, et bien entendu compte tenu de nos moyens financiers, d'essayer, dis-je, de définir une orientation rationnelle et, si possible, originale à ces travaux, de façon à éviter de reprendre des recherches déjà faites et toute superposition de tâches. Cette idée, si elle fut bien à l'origine de cette initiative, déborda rapidement sur des voies beaucoup plus larges, car elle nous amena, M. NAVELLIER et moi-même, à prendre conscience que, dans l'intérêt général, une rencontre de quelques spécialistes (à l'époque nous pensions à une dizaine, voire une quinzaine), qui procéderaient à une confrontation de vues,

à une étude critique de leurs méthodes d'analyse, etc..., serait du plus grand intérêt. C'est ainsi que nous avons été amenés à faire part de ce projet à quelques hauts spécialistes dont nous connaissions particulièrement bien les travaux. L'empressement avec lequel ceux-ci ont répondu à notre invite confirma le bien-fondé de notre projet, et la décision fut alors prise d'organiser à Paris, en mai 1963, une première rencontre. Le lieu de réunion avait été primitivement fixé dans nos laboratoires de Nogent-sur-Marne ; nous pensions y réunir une dizaine ou une quinzaine de personnes hautement qualifiées. Cependant, à mesure que la date fixée pour la réunion approchait, nous voyions s'accroître le nombre des spécialistes, qui, ayant eu connaissance d'une manière ou d'une autre de cette réunion, souhaitaient y participer. Bref, progressivement le cap des quinze, des vingt, des trente, des quarante participants fut atteint et même dépassé. En définitive, il fallut, bien entendu, abandonner le projet de tenir les séances dans les laboratoires, et nous dûmes à l'hospitalité qui nous fut offerte par le directeur de l'Ecole Supérieure d'Application d'Agriculture Tropicale, à Nogent-sur-Marne, d'avoir pu siéger dans un amphithéâtre qui, sans disposer des équipements de la salle du C. N. R. S., a permis de travailler dans un cadre de verdure fort agréable. Je rappellerai ici que le premier Colloque a groupé quarante-cinq participants, dont cinquante pour cent venus hors de France, appartenant à huit Etats.

Je m'adresse aux nouveaux venus pour leur signaler qu'un bulletin spécial de l'I. F. C. C. a été entièrement consacré au compte rendu in-extenso des travaux, du Premier Colloque et qu'ils y trouveront, entre autres, les résolutions et vœux exprimés à l'issue des réunions ainsi que la composition des bureaux des commissions.

J'en arrive maintenant au compte rendu du mandat que vous m'avez confié à l'issue du Premier Colloque, en me désignant comme votre secrétaire général.

La mission essentielle qui m'était confiée par le Premier Colloque était certes d'animer les quatre commissions, mais je crois surtout de préparer la réunion du Second Colloque International, qui était souhaitée un an après, c'est-à-dire en 1964, et à Paris. Je pense qu'il est inutile, Messieurs, de m'étendre sur l'accomplissement de la mission dont j'avais été chargé : plus de cent participants inscrits à notre Second Colloque, dont les deux tiers viennent d'une vingtaine de pays européens, africains et américains. La qualité et le nombre des participants au Second Colloque, enfin, témoignent suffisamment de l'intérêt éveillé par les travaux de recherche sur la chimie et la technologie des cafés pour qu'il soit nécessaire d'insister. Je dois avouer que nous avons, M. NAVELLIER et moi-même, comme tous les collaborateurs de l'I. F. C. C., trouvé par votre présence, la grande satisfaction d'avoir pressenti tout l'intérêt que présentait cette réunion, et d'en avoir en quelque sorte, avec l' I. F. C. C., constitué l'élément catalytique.

Le moment est venu de vous présenter quelques excuses : je dois d'abord excuser M^me^ CIABURRI, de la République Argentine, qui est secrétaire du groupe ISO/TC/34/SC8 et de la Commission Café ; M. le docteur MERRITT, des Etats-Unis, empêché au dernier moment, m'a envoyé une lettre d'excuses de Londres ; le docteur MÜLLER s'est excusé également de ne pouvoir assister à notre conférence. Il en est de même pour MM. NATARAJAN (Inde), TELEGDY-KOVATS (Hongrie), COGIOLA (Italie), WURZIGER (Allemagne Fédérale).

Nous constatons avec une très grande satisfaction que la plupart des participants au Premier Colloque sont parmi nous aujourd'hui.

Certes, la réunion à Paris d'une centaine de participants (il y a plus de cent inscrits) a posé à M. NAVELLIER et à moi-même de nombreux problèmes, et surtout celui de la salle. Vous savez comment, grâce à l'amabilité du C. N. R. S., ce problème, qui était un des plus sérieux, a pu être résolu et dans quelles conditions extrêmement agréables. Je voudrais enfin vous signaler que la réunion du Second Colloque en 1964, comme l'avaient demandé les premiers participants, nous est apparue rapidement comme difficilement réalisable, étant donné les difficultés qui ont été rencontrées par les commissions de travail ; les présidents, ou leurs représentants, vous en parleront tout à l'heure.

En terminant, je ne saurais trop insister sur le rôle majeur et déterminant joué par mon ami Pierre NAVELLIER, conseiller scientifique de l' I. F. C. C., qui, inlassablement, s'est dépensé sans compter avec une passion et une confiance à toute épreuve, tant pour animer les commissions de travail, en particulier la deuxième commission « méthodes d'analyse », qu'à mes côtés, avec la fidélité d'une solide amitié, pour préparer ce Second Colloque. Certes, un travail important est à porter à l'actif des commissions, et je ne saurais trop louer et remercier ceux qui en font partie. Mais de tout cela M. NAVELLIER est certainement impatient de vous parler. Je voudrais, en terminant cette brève allocution, exprimer le souhait que ce Second Colloque International remporte un grand succès, qu'il assure la pérennité de cette initiative, grâce à l'Association Scientifique Internationale que nous vous proposerons de constituer, et, aussi, exprimer le souhait que ces travaux renforcent auprès de tous l'idée qu'aujourd'hui il n'est pas de progrès technique, dans quelque domaine que ce soit, sans, à la base, l'appui de la recherche scientifique. Sur un plan plus général enfin, j'exprime aussi le souhait que nos travaux concourent, par leurs applications, au mieux-être des producteurs d'outre-mer, qu'ils soient américains, africains, malgaches ou asiatiques, et aussi à la prospérité de l'industrie du café.

P. NAVELLIER

Conseiller scientifique de l'I.F.C.C.



Monsieur le Président, mes chers collègues,

A l'issue de notre premier Colloque, en mai 1963, nous avons été frappés par l'ambiance extrêmement cordiale qui régnait dans notre assemblée, et par l'enthousiasme avec lequel les participants avaient envisagé la suite de nos travaux.

Après la clôture, il était raisonnable de nous demander si cet enthousiasme persisterait, et si nos projets auraient un lendemain : chacun de nous a retrouvé ses occupations, ses soucis, et a dû souvent remettre à plus tard d'entreprendre le surcroît de travail dont il avait accepté la charge.

Pourtant, dès le mois de juin 1963, les contacts directs établis au cours du Colloque se sont confirmés, par correspondance ou à l'occasion de voyages.

Toutes ces sympathies personnelles sont précieuses, mais il ne faut pas oublier qu'elles ont pour origine un intérêt commun pour la chimie du café, intérêt qui a dépassé nos espérances.

Au premier Colloque, nous avions d'abord prévu d'inviter une dizaine de personnes : il en est venu une cinquantaine.

A ce second Colloque, nous serons presque cent, et je constate avec joie que tous nos collègues étrangers, qui avaient participé au premier Colloque, et qui n'ont pas été empêchés par des raisons de force majeure de venir à ce second Colloque, sont à nouveau réunis auprès de nous. Qu'ils soient remerciés pour la marque de confiance et l'encouragement qu'ils nous apportent.

Les discussions sur la chimie du café semblent donc nécessaires, et une lacune doit être comblée. Par où faut-il aborder notre tâche ?

Nous avons proposé, à nouveau, les thèmes du premier Colloque : inventaire des constituants et méthodes d'essai ; chimie de la technologie ; effets physiologiques ; réglementation et normalisation.

Déjà nous débordons du cadre de la chimie pure, mais les caractères et les phénomènes qui sont sous la dépendance de la composition chimique ne sont pas encore tous abordables par l'analyse chimique.

En attendant, nous les décelons ou nous les évaluons en faisant appel à l'observation empirique ou à des méthodes indirectes telles que la dégustation, l'appréciation des effets physiologiques, le dénombrement des défauts des fèves, le calcul du rendement des procédés technologiques, etc... Peu à peu, la chimie devra apporter son aide dans tous ces domaines. Pour y parvenir plus rapidement, il est souhaitable de donner à ces études une base scientifique, de coordonner les recherches, d'échanger les résultats, de rechercher enfin l'efficacité des efforts.

Ces considérations nous ont amenés à orienter les travaux de ce second Colloque de la manière suivante :

Pour aborder sur une base scientifique des études situées à la limite de la connaissance chimique, nous avons fait appel au Professeur LE MAGNEN, qui nous parlera de « la désignation des caractères organoleptiques du café », moyen d'expression nécessaire pour jeter un pont entre la dégustation et la recherche analytique des constituants de la saveur et de l'arôme ; nous avons demandé au Professeur POISSON d'indiquer les « techniques d'étude de la biogenèse de la caféine », afin d'aider au choix de clones de caféiers dont la teneur en caféine ne soit pas un facteur limitant la consommation.

Pour coordonner les recherches, nous comptons sur les commissions créées au premier Colloque ; vous entendrez leurs rapports, et vous déciderez s'il y a lieu de les maintenir ou de les développer.

Pour échanger les résultats, nous disposons des rapports des groupes de travail, des publications, de la documentation sous ses diverses formes. Plus ces échanges seront complets, plus nos efforts seront fructueux.

Enfin, pour que notre travail soit vraiment efficace, il devra être non seulement diffusé, mais encore utilisé. L'utilisation des connaissances sur la chimie du café peut concerner tous les stades de la production, de la transformation, du commerce, de la consommation. Il nous faut donc disposer de méthodes d'essai permettant de connaître la composition ou les caractéristiques du café et de ses dérivés, d'en apprécier la valeur et l'aptitude à l'emploi.

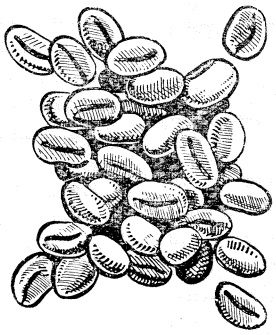
Il me paraît hautement souhaitable que l'étude de ces méthodes et de ces caractéristiques soient entreprises d'emblée sur le plan international, de préférence en liaison avec le groupe de travail « Café » créé en novembre 1964, lors de la réunion à la Nouvelle-Delhi du Comité Technique de Normalisation Internationale des produits agricoles alimentaires (ISO/TC 34/SC 8/GT 2).

Des contacts ont été établis avec cet organisme, qui a décidé de prendre en considération les méthodes d'essai que nous pourrons proposer.

M. DUVAL vous exposera ce que l'on entend par la normalisation du café. Enfin, pour que notre assemblée soit représentative sur le plan international, il est nécessaire qu'elle adopte un statut juridique : maître KIEFE vous proposera un tel statut pour une « Association Scientifique Internationale du Café ».

En organisant ce second Colloque International sur la Chimie des Cafés verts, torréfiés, et leurs dérivés, l'Institut Français du Café et du Cacao s'est efforcé d'exaucer le vœu formulé à l'issue du premier Colloque. Vous voici réunis, c'est de vous que dépendra le succès de notre entreprise. Un Colloque, ce n'est pas un cours que l'on écoute, c'est un échange d'idées. C'est un peu comme un pique-nique, où l'on mange en commun ce que chacun a apporté.

En consultant le programme des communications annoncées, je constate que le pique-nique sera copieux, et certainement excellent. Nous attendons avec confiance et impatience le moment de le déguster.



COMPTE RENDU DES COMMISSIONS

PREMIÈRE COMMISSION
DOCUMENTATION - RÉGLEMENTATION - NORMALISATION

A. BAIÃO ESTEVES
Président de la première commission

Depuis le premier Colloque qui s'est tenu du 20 au 22 mai 1963, la Commission n'a pas eu la possibilité de se réunir en raison de la dispersion de ses membres. Cette circonstance a naturellement rendu plus difficile le développement de ses travaux.

Comme l'indique son titre, la Commission doit consacrer son activité à trois domaines bien distincts : la documentation, la réglementation et la normalisation.

En quoi consiste la tâche de normalisation ?

Elle consiste à soumettre à la future association internationale des projets de conventions ou de textes de lois, reposant naturellement sur une base scientifique et technique, en vue d'harmoniser les usages commerciaux, de faciliter la répression des fraudes et, d'une façon générale, d'unifier la réglementation sur le café en vigueur dans les divers pays intéressés.

En vue d'atteindre ce but, il a été décidé :

1) d'établir une bibliographie aussi complète que possible,

2) de rassembler une documentation sur les usages commerciaux en la matière (contrats, etc...),

3) de rassembler tous les documents législatifs relatifs à la répression des fraudes et des falsifications.

Cependant, au cours du Colloque, il n'a pas été précisé à quelle commission incombait la recherche de la documentation scientifique, documentation indispensable aux autres commissions d'études ; nous en avons conclu que c'était notre Commission qui devait amorcer ce travail, tout en laissant au Colloque de 1965 le soin de prendre une décision sur ce point pour l'avenir.

Deux solutions peuvent être envisagées :

— ou bien la documentation scientifique, base du travail des commissions spécialisées, serait confiée à notre Commission,

— ou bien encore chacune des commissions spécialisées établirait sa propre bibliographie en réunissant les documents scientifiques et techniques dont elle aurait besoin.

Quoi qu'il en soit, la première Commission a entrepris de réunir et de diffuser la documentation concernant la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés qui était, comme vous vous en souvenez, l'objet de notre premier Colloque.

C'est ainsi que 895 sommaires de publications ont été rédigés et classés conformément aux 212 principes de la Classification Décimale Universelle (CDU), qu'ont été retenus 371 articles parus dans 101 publications périodiques éditées dans 26 pays et rédigées dans 6 langues différentes. Ces articles se rapportent à la classification et à la législation, à la chimie, à la phytochimie, à la chimiothérapie, à la technologie du café.

Mais à son grand regret, la Commission n'a pu réaliser ce travail que pour l'année 1963. Un exposé sera fait par son auteur, Mme Hélia CIDADE.

Bien que nous ayons prié les membres du premier Colloque de nous envoyer de la documentation en ce qui concerne la réglementation des usages commerciaux et en ce qui concerne la répression des fraudes dans leurs pays respectifs, nous n'avons pu réunir qu'un nombre très limité de tels documents et encore n'avons-nous pu le faire que grâce à l'intervention du dévoué vice-président de notre Commission, le Docteur ILLY, Président de ILLYCAFFÈ s. p. a. (Italie).

Enfin, pour terminer, je vous indique que le Secrétaire de notre Commission, maître KIEFÉ, Avocat à la Cour d'Appel de Paris, vous présentera un rapport relatif à l'Association Scientifique Internationale dont la création a été envisagée en 1963 et un projet de statuts pour ladite association. Vous serez appelés à délibérer de ce rapport et de ce projet et j'espère bien qu'à la fin de ce Colloque, une décision aura été prise à ce sujet, ce qui permettra à notre secrétaire de procéder aux formalités constitutives de l'association.

DEUXIÈME COMMISSION — MÉTHODES D'ANALYSES

P. NAVELLIER
Secrétaire de la deuxième commission

Ce rapport devait vous être présenté par le Professeur TELEGDY KOVATS, de Budapest, Président de la deuxième Commission. Il est malheureusement souffrant, et n'a pu, à son grand regret, se déplacer pour être parmi nous aujourd'hui. Je suis certain d'être votre interprète en lui adressant, au nom de notre assemblée, nos vœux de prompt rétablissement. J'ai eu toutefois la chance de rencontrer le Professeur TELEGDY KOVATS à la Nouvelle-Delhi, en novembre 1964, lors de la réunion du Comité de Normalisation Internationale des Stimulants, et je me suis entretenu avec lui des travaux de notre deuxième Commission : le présent rapport sera donc un reflet de notre conversation.

Le vice-président de notre Commission est le Professeur THALER, qui est actuellement à Paris comme délégué de l'Allemagne Fédérale dans une autre réunion ; il viendra prochainement se joindre à nous, et m'a chargé de vous présenter ce rapport.

La deuxième Commission a été créée en 1963, par une résolution du premier Colloque sur la Chimie des Cafés. Sur la proposition du Président TELEGDY KOVATS, elle a décidé de commencer par examiner un nombre restreint de déterminations analytiques, et elle a constitué d'abord trois groupes de travail pour l'étude des méthodes d'analyse suivantes :

— Eau, dont le responsable est M. SMITH (Royaume-Uni) ;

— Cendres, dont j'assume la responsabilité,

— Caféine, dont le responsable est le Docteur ENGEL (Pays-Bas).

Je voudrais justifier, auprès de ceux d'entre vous qui n'assistaient pas au premier Colloque, les raisons de ce choix.

L'**eau** contenue dans le grain de café (son humidité, si vous préférez), constitue une partie de la marchandise, et elle est payée au prix du café ; la connaissance de la teneur en eau aide à le payer à sa juste valeur, et elle fait l'objet de dispositions réglementaires. Lors de la torréfaction, la teneur en eau influence la perte de poids, et sans doute aussi le processus de l'opération. Enfin, pour le chimiste, il est nécessaire de rapporter les résultats analytiques soit à la matière sèche, soit à des produits dont la teneur en eau est connue. Cette détermination nous a donc semblé fondamentale, et le rapport que M. SMITH va vous présenter revêt une grande importance.

Les **cendres**, en revanche, présentent un intérêt mineur. Le taux de cendres d'un café n'influence, semble-t-il, ni sa valeur marchande, ni les opérations technologiques, ni les caractères organoleptiques. Elle n'est pas prise en considération dans les règlements. L'inscription du taux de cendres parmi les résultats d'une analyse paraît provenir d'une habitude plus que d'une nécessité. Permettez-moi cependant, par deux exemples, de souligner l'utilité de cette détermination.

Lors du premier Colloque, j'ai eu l'occasion de rappeler que, pour interpréter l'évolution de la composition d'un café au cours de sa torréfaction, il est commode de rapporter tous les résultats au café vert mis en œuvre, ou plutôt à la matière sèche de ce café vert. On constate ainsi la diminution des teneurs en caféine, en matière grasse ou en azote total, alors qu'une interprétation sommaire des phénomènes, par simple comparaison des pourcentages, pourrait laisser croire le contraire. En effet, ces teneurs augmentent relativement, parce que la perte en matières azotées ou en matière grasse est moins grande que la perte en glucides. Mais la torréfaction n'affecte pas le taux de cendres, et nous devons retrouver sa constance en calculant le bilan de la torréfaction par rapport au café vert. Ce critère permet donc un contrôle de la valeur de l'ensemble de notre bilan analytique. Cette première remarque est à l'usage des laboratoires.

La seconde remarque a été faite par notre collègue BAIÃO ESTEVES. C'est une remarque technologique. Puisque, dit-il, la torréfaction ne modifie pas le taux de cendres initial du café, la connaissance de ce taux permet de calculer, après coup, le rendement de la torréfaction.

L'approximation pourra être très bonne si l'on dispose du café vert initial. Dans le cas contraire, il faudra se reporter à des moyennes, et pour établir valablement les taux moyens de cendres des différents types de café, il est nécessaire de disposer d'une méthode d'incinération reproductible. Or, il suffit de consulter la littérature pour se convaincre de la diversité des techniques utilisées, et des résultats obtenus. Vous constaterez, lorsque je vous présenterai le rapport du groupe de travail « Cendres », que, faute d'un mode opératoire unique, la dispersion des résultats est effectivement à redouter.

La **caféine**, enfin, est un constituant essentiel du café. Ses effets pharmacodynamiques sont beaucoup plus importants que son influence sur les caractères organoleptiques. M. WILLEMS vous dira, au nom du Docteur

ENGEL, ce qu'a fait le groupe de travail « Caféine ».

En plus de ces trois groupes dont nous espérons recueillir bientôt les conclusions, un quatrième groupe de travail a été créé pour l'étude de l'**arôme** du café par chromatographie en phase gazeuse. Son but n'est pas d'aboutir rapidement à proposer des méthodes d'essai, mais plutôt de coordonner les recherches entreprises dans divers laboratoires. Le rapport sera présenté par le Docteur HEESTERMAN.

En ce qui concerne les trois premiers groupes (Eau, Cendres, Caféine), la méthode de travail suivante a été adoptée : un lot de café vert en grains (*C. canephora*) a été soigneusement homogénéisé, puis réparti dans des emballages étanches, et envoyé aux membres de la Commission. Le laboratoire de l'Institut Français du Café et du Cacao s'est chargé de ce travail.

Cet échantillon était assez humide, ce qui a permis de mettre en évidence les difficultés de préparation et de broyage avant l'analyse.

Le responsable de chaque groupe de travail a proposé quelques méthodes à étudier. Chaque participant était invité à essayer, en outre, des méthodes de son choix, et à faire part de ses observations.

Plus de 400 résultats numériques ont été reçus, émanant de 20 laboratoires appartenant à 8 pays. Les responsables des groupes présenteront et commenteront ces résultats, et demanderont vos observations.

Sans empiéter sur ces rapports, je puis indiquer que, dans l'ensemble, la concordance des résultats a été généralement meilleure entre plusieurs laboratoires utilisant la même méthode qu'entre diverses méthodes appliquées dans un même laboratoire. Cette remarque montre combien ce travail a été instructif, et souligne la nécessité de le poursuivre, notamment si nous voulons présenter des projets de méthodes bien étudiées au groupe de travail « Café » de l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO/TC 34/SC 8/GT 2).

Les décisions concernant la suite des travaux de la deuxième Commission seront prises à l'issue du présent Colloque, mais je veux, sans plus attendre, remercier, au nom du Président TELEGDY KOVATS, tous ceux qui ont travaillé au succès de cette première chaîne d'analyses. Permettez-moi, pour conclure, de vous rappeler le sage conseil de notre Président : ne cherchons pas à multiplier les difficultés, et évitons de disperser nos efforts.

TROISIÈME COMMISSION

CHIMIE DANS SES RELATIONS AVEC LA TECHNOLOGIE

R. WILBAUX
Secrétaire de la troisième commission

Le Président de la troisième Commission, le Docteur O. F. KADEN, me prie tout d'abord de l'excuser de ne pas présenter lui-même ce rapport. Il n'a pas pu venir dès ce jour, mais sera heureusement des nôtres à partir du 6 mai.

L'activité de cette troisième Commission fut, entre 1963 et 1965, en fait assez réduite. Cependant, quelques-uns des anciens membres présenteront au cours de ce Colloque d'intéressantes communications :

O. F. KADEN. — Sur la formation d'antioxydants par les torréfactions spéciales des cafés Robusta.

F. ALBANESE. — Possibilité d'amélioration des cafés solubles, avec et sans caféine, grâce à un procédé de séchage relativement nouveau.

D'autres ont présenté des communications n'entrant pas dans le cadre de la troisième Commission. Nous ne les mentionnerons pas ici.

Parmi les nouveaux participants, quelques-uns exposeront leurs importants travaux :

S. LEE. — Stabilization of coffee flavor by micro encapsulation.

A. E. WOOTTON. — The importance of field processing to the quality of East African coffees.

Cette dernière communication présentera un intérêt spécial, car c'est la première relative au stade primaire de préparation du café, si important en ce qui concerne la qualité.

Le 22 mai 1963, lors de la dixième séance, notre Président souhaitait voir entreprendre, au cours d'une deuxième phase, des travaux avec la collaboration de divers laboratoires, tout en maintenant le contact avec les autres Commissions.

Il est à souhaiter que les membres de notre groupe puissent élaborer des programmes de recherches en commun.

QUATRIÈME COMMISSION

CARACTÈRES ORGANOLEPTIQUES ET EFFETS PHYSIOLOGIQUES

F. CHASSEVENT
Secrétaire de la quatrième commission

Monsieur le Président, Mesdames, Messieurs,

En l'absence du Président de la quatrième Commission, M. le Professeur MÜLLER, et du vice-président, M. le Docteur METZ, que M. NAVELLIER a excusé tout à l'heure, nous allons vous présenter un bref rapport puisqu'en effet, il ne nous a pas été possible de nous réunir et par là même d'entreprendre des études communes. Cependant, les sujets traités par quelques communications qui vous seront présentées au cours de ce second Colloque sont en relation directe avec les buts poursuivis par notre Commission. Nous citerons, par exemple, les exposés du Professeur LE MAGNEN sur « la désignation des qualités organoleptiques du café », du Docteur HEESTERMAN, du Docteur GIANTURCO, du Professeur CHOVIN sur l'étude de l'arôme du café par chromatographie en phase gazeuse, du Docteur NEDDE, du Docteur REYMOND, du Docteur ULRICH, du Docteur CZOK sur les actions physiologiques du café, etc...

Ceci prouve donc que nombre d'entre vous sont intéressés par ces recherches et nous donne bon espoir quant à l'avenir.

Puisqu'il nous est permis de nous retrouver à l'occasion de ce deuxième Colloque, nous aimerions formuler quelques vœux :

Tout d'abord en ce qui concerne les études sur les caractères organoleptiques, nous pensons que l'exposé du Professeur LE MAGNEN pourrait nous servir de base à l'élaboration d'un vocabulaire commun dans ce domaine. Chacun sait, en effet, qu'il n'est rien de tel pour se comprendre que de parler la même langue, mais, rassurez-vous, nous ne vous demanderions pas d'apprendre l'Esperanto ou quelque autre Volapük. Nous pensons qu'il serait utile d'établir en commun un lexique en plusieurs langues et, dans ce but, peut-être serait-il bon qu'un délégué par nation représentée à ce Colloque, se charge de centraliser le vocabulaire employé dans sa propre langue et le transmette ensuite à la quatrième Commission qui se chargerait alors, à partir de ces bases, d'établir ce lexique et le ferait finalement parvenir à tous les intéressés.

L'étude commune, par chromatographie en phase gazeuse, de l'arôme du café, organisée par le Professeur HEESTERMAN, qui entre dans le cadre de la deuxième Commission, interfère en quelque sorte avec nos propres préoccupations et nous espérons qu'un nombre de plus en plus grand de nos membres pourra y prendre part.

Pour ce qui est de l'étude des actions physiologiques du café, la participation d'un plus grand nombre de spécialistes et de médecins serait nécessaire, et dans ce domaine également vos suggestions seront les bienvenues.

En résumé, le travail ne nous manque pas et nous souhaiterions que cette réunion d'une semaine nous permette des échanges de vue fructueux ayant pour but la mise au point de programmes de travail efficaces.

DISCUSSION

M. HEESTERMAN : Je remercie M. WILBAUX pour son exposé bref mais très intéressant. Sans aucun doute, la chimie et la technologie sont inséparables et je crois que M. WILBAUX a dit quelque chose de très important sur l'influence de la cueillette et de la technologie primaire dans les pays producteurs. Ceci pourra faire l'objet d'une coopération entre les chercheurs des pays industriels et ceux des pays producteurs, les agronomes, les planteurs, les services de vulgarisation pour arriver, au stade de la production, à un produit de meilleure qualité. M. WILBAUX peut-il nous donner encore quelques précisions dans ce domaine ?

— M. WILBAUX : Je ne peux qu'abonder dans le sens de ce que vient d'exprimer le Dr HEESTERMAN. La recherche en technologie primaire, pour reprendre cette expression, en fait se marie avec la chimie, l'art de l'ingénieur, parce qu'on utilise des machines, et la thermodynamique, parce qu'on sèche des produits. Mais elle se marie déjà avec l'agro-

nomie parce que les engrais que l'on applique, les traitements que l'on fait subir aux arbres ont tous une influence sur ce que j'appelle au départ les qualités intrinsèques d'un produit. Lorsqu'il est cueilli, il présente des qualités qu'il faut développer et ne pas laisser se détériorer. On a préparé le café d'une façon empirique, puis on a fait des recherches plus connues des agronomes et des pays tropicaux que des milieux scientifiques des pays industriels. Je citerai la station de Jacaranda au Kivu où le Dr WOOTTON et le Dr NORTHMORE ont fait des travaux remarquables ; le laboratoire de technologie que l'I. F. C. C. a ouvert au Cameroun et où un jeune chimiste va étudier les problèmes de préparation du café et du cacao, en essayant d'appliquer des méthodes de contrôle, et chercher à analyser l'évolution des phénomènes d'une façon scientifique dans le milieu même. En Europe nous n'avons pas la matière première vivante sur laquelle il faut travailler pour comprendre et suivre l'évolution des phénomènes. Nous nous faisons envoyer, d'après les protocoles que nous préparons, des échantillons qui arrivent parfois dans un état lamentable, tous les travaux primaires qui avaient été faits sont perdus. Cette collaboration entre les laboratoires établis dans les pays producteurs, qui devraient être plus nombreux, et les laboratoires, souvent mieux équipés, des pays consommateurs est hautement souhaitable, et j'espère que ce présent colloque permettra une liaison entre les échelons de la chimie du café.

M. LEVENSON : What are the long range objectives of commission 4 with regard to physiological effects ? Will it consider the relation of coffee and health and the criticisms that have been levelled at coffee and potential adverse effects on health ?

— M. HEESTERMAN : I have attended the first colloque ; that matter was already very much in the mind of the people who organized it, because there was a very detailed study about the physiological effect of coffee. I beg M. NAVELLIER to give you now further information on the outlook of these studies.

— M. NAVELLIER : Nous avons inscrit ces problèmes à notre programme et un début de réponse a déjà été donné au premier colloque ; la suite sera donnée au présent colloque, notamment dans la séance de jeudi après-midi. La quatrième commission, qui a été constituée au premier colloque et qui, comme vous l'a dit tout à l'heure M^lle CHASSEVENT, n'a pas pu beaucoup fonctionner, a précisément pour tâche d'élucider les relations entre l'organisme et les propriétés des constituants du café. On avait parlé au premier colloque de la caféine (exposé de M. METZ), cette fois-ci nous avons un rapport sur l'action de l'acide chlorogénique ; je pense que d'autres rapports suivront. Je le répète, les rapports ne constituent que le début de notre conversation. Je suis très reconnaissant à M. LEVENSON d'avoir soulevé cette question et je pense que si M. LEVENSON pouvait participer au groupe de travail correspondant, ce serait extrêmement utile pour tout le monde.

M. ILLY : M^lle CHASSEVENT a suggéré l'étude d'un lexique afin que l'on puisse s'exprimer d'une manière aussi homogène que possible. J'ai déjà fait des essais dans ce domaine et je crois que la meilleure méthode consisterait à trouver un système de notations complètement nouvelles, non liées à une langue, de façon à éviter les associations automatiques.

— M. HEESTERMAN : Je crois que vous avez tout à fait raison de vouloir essayer de normaliser cette terminologie. Une liste de termes a déjà été établie et sera sans doute discutée au cours du colloque. Nous aurons l'occasion de revenir sur cette question.



Grains de café Robusta

A REPORT ON THE DETERMINATION OF MOISTURE IN RAW COFFEE BEANS

R. F. SMITH
Lyons Laboratories, London

Determinations of the moisture contents of samples of raw coffee are required for various purposes, starting with the control of drying in the producing country. Upper limits for the moisture content of raw coffee, ranging from 9-14.5 % are specified by some of the producing countries (15). The moisture content of raw coffee will affect its storage properties. Changes in composition are liable to take place during transport and storage that can affect the flavour qualities of the final roasted product. The moisture content of the raw coffee can have significant effects on the roasting process, especially in automatic roasters, as the heat consumption and hence the time of each roasting cycle will depend on the amount of water in the beans to be evaporated. The net yield of roasted coffee, and likewise the % yield of instant coffee (on the basis of the raw beans) will depend on initial moisture content. Finally, a determination of moisture content is essential in the analysis of raw coffee samples, because the analytical results are of no value unless they are calculated on the basis of dry weight.



The determination of moisture in raw coffee beans is however not as simple as one would expect, on account of the physical nature and size of the beans. A search was therefore first made for methods that are most suitable for the determination of moisture in raw and roast coffee.

A tentative method for the determination of « Loss on drying » was given in the 6th Edition of the A. O. A. C. (1), 5 g of roasted coffee being dried at 105-110 °C at atmospheric pressure, or at 100 °C and a pressure of not more than 100 mm Hg, until constant weight is obtained. This method was deleted from the 7th Edition (2), but restored in the 8th Edition of the A. O. A. C. (3). No method is given under the heading of Green Coffee. SCHWARTZMAN, on behalf of the A. O. A. C. (4), made a comparison between oven-drying and toluene-distillation methods, and as a result proposed a study of the distillation and Karl Fischer methods. He later (5) found that the Karl Fischer method, using formamide as solvent, gave results with roasted coffee that agreed well with those obtained by oven-drying at 105 °C. For raw coffee he recommended two-stage drying, being a modification of the method of the Swiss Society of Analytical Chemistry published in 1909 (6). Such a method has been used for some years in the Lyons Laboratories for the determination of moisture in raw coffee beans, and also in commercial dried raw chicory which has been prepared by cutting the roots into sections and drying to a moisture content of 15 % or less.

LLEWELYN (7) recommended a two-stage oven-drying method (using a vacuum oven at 70 °C for the second stage) as an absolute method for the determination of moisture in « parchment » coffee with more than 18-20 % moisture. PUNNET (8) reviewed ten different

methods (all of which require a preliminary grinding of the sample, and some have to be checked by an oven-drying method) for determining moisture in green coffee. BOYCE (9) made a statistical examination of the relationship between moisture determinations by a Kappa dielectric moisture meter and by a xylene distillation method. Analytical data on coffee published by GORDIAN (10) include values for moisture contents which had been determined in unground raw beans by measuring the loss in weight after heating for 20 hours at 212 °F in vacuo.

GUILBOT (11, 12) recommended that a method used for the determination of moisture in cereal grains should be adopted as a fundamental reference method for the determination of moisture in raw coffee. Preliminary drying to a moisture content below 10 % was recommended for samples containing over 12 % moisture. The sample was then ground in a ball-mill, and a portion dried at 45-50 °C in vacuo and in the presence of phosphorus pentoxide. Constant weight was obtained in about 150 hours. D'ORNANO, HAHN and POUGNEAUD (13) compared several methods for the determination of moisture contents in samples of raw coffee containing more than 11 % water. A thorough examination was made of the Guilbot reference method, which was used as the standard, and found to be reliable providing allowance was made for lack of homogeneity of the sample. Preliminary drying at 100 °C, to facilitate grinding of the sample, was necessary. Oven-drying of whole beans at 130 °C was also recommended, as a Laboratory method. The HYB 22 dielectric moisture meter was found to be rapid, and suitable for technical use. Another comparison of methods for the determination of moisture in raw coffee was reported by d'ORNANO and GUILBOT (14). For the reference method, partial drying of samples with high moisture contents for a short time, only sufficient to bring them into equilibrium with ambient atmospheric conditions before grinding, was recommended. As a practical method, whole beans were dried at 130 °C in two stages (viz. 6 + 4 hours) allowing the distribution of water inside the beans to reach an equilibrium by keeping the sample in a desiccator overnight in the interval between the two drying stages. The mean loss in weight was recorded as « moisture content », as it was considered that errors due to incomplete removal of water and to volatilisation of material other than water thereby compensated each other.

A comprehensive review of the bibliography of methods for the estimation of moisture in raw coffee samples was made by BAIÃO ESTEVES (15). As a result, he proposed that oven-drying at 105 °C in two stages before and after grinding should be adopted as a legal method, that oven-drying in the Brabender oven at 105 °C should be used as a routine method, and that the Ultra Hygrofix dielectric moisture meter should be used as a rapid control method. NAVELLIER (16) discussed the significance of the moisture content of raw coffee in relation to its effect on changes in quality during storage, to its effects on price in commercial transactions, and to its effects on the technology of roasting, in addition to giving an account of some of the methods available for the determination of moisture.

TABLE 1

Laboratories taking part in the investigation

1. Tropical Products Institute, London, England.	Mr. L. H. GREENWOOD-BARTON
2. J. Lyons & Co. Ltd., London, England.	Mr. R. F. SMITH
3. Institut Français du Café et du Cacao, Paris, France.	M. M. D'ORNANO
4. Douwe Egberts, Utrecht, Holland.	Dr. J. G. de HEUS
5. De Gruyter en Zoon, s'Hertogenbosch, Holland.	Dr. E. L. KRUGERS DAGNEAUX
6. Keuringsdienst van Waren, Amsterdam, Holland.	Dr. J. P. GODDIJN
7. Centraal Institut voor Voedingsonderzoek, Utrecht, Holland.	Dr. C. ENGEL
8. Institut voor de Tropen, Amsterdam, Holland.	Dr. J. E. HEESTERMAN
9. Société de Produits Alimentaires et Diététiques, Courbevoie, France.	M. J. R. FATIN
10. Laboratoire Municipal de la Ville de Paris, France.	M. P. NAVELLIER
11. Centre d'Etude, de Recherche et de Documentation Internationales des Industries Agricoles et Alimentaires, Massy, France.	M. A. GUILBOT
12. Centre d'Enseignement et de Recherches des Industries Alimentaires et Chimiques, Brussels, Belgium.	M. P. LAMBION
13. Ministère de l'Agriculture, Paris, France.	Mme C. COURCELLES
14. Laboratoire Municipal, Amiens, France.	M. BRAHIC
15. Laboratoire Municipal, Lyon, France.	M. PROBY
16. Station Agronomique de Loire-Atlantique, Nantes, France.	M. HURIEZ
17. Laboratorio d'Igiene e Profilassi, Trieste, Italy.	Dr. B. DORO
18. Coffee Research Station, Mysore State, South India.	Dr. N. G. CHOKKANNA

Other rather novel methods have been used for the determination of moisture in coffee or similar materials but, owing to the specialised apparatus required, would have only limited applications. For example, SCHWECKE and NELSON (17) used gas-chromatography to determine water in methanol extracts of ground-up cereal products, secondary butanol being used as an internal standard. A neutron-scattering method was used by JAO-KAI WANG (18, 19), the coffee beans being exposed to a source of fast neutrons, and the rate at which the neutrons were slowed down measured. The advantages of this method were that the moisture content of a large sample could be measured in a few minutes by means of a probe, without any physical or chemical treatment of the sample. A nuclear magnetic resonance (N. M. R.) method was used by MILLER and KASLOW (20) for determining the moisture contents of wheat, flour, etc. This method however required calibration against a standard moisture determination method. The moisture contents of seeds (Corn and Soya beans, etc.) were determined by HART et al. (21) by spectrophotometric measurements at a wavelength of 1.93 μ (in the near infrared) of methanol extracts of the samples. The results obtained agreed closely with those obtained by titration of the same methanol extracts of the samples with Karl Fischer reagent, and the method was more rapid, easier to perform and required no expensive reagent.

SELECTION OF METHODS FOR INVESTIGATION

A selection was first made of methods suitable for consideration in this investigation. Of the methods that are available a few can be applied to the whole beans, but in general and in particular with the oven-drying methods, a preliminary reduction in particle-size is essential. On account of the tough nature of raw coffee beans, grinding without loss of moisture is difficult. This investigation therefore involved an examination of the method of preparation of the sample, in addition to an examination of the actual method of water determination.

It was decided first of all that the Guilbot method should be considered as the standard reference method. Pre-drying of samples with high moisture contents would however be necessary. Drying at 105 °C in two stages, before and after grinding, appeared to be the obvious choice for a practical method. On the suggestion of M. NAVELLIER a method of drying whole beans at 130 °C was later added to the methods to be examined.

COLLABORATIVE STUDY OF METHODS OF MOISTURE DETERMINATION

For the first preliminary stage of this investigation identical samples of a raw Robusta coffee, which was selected deliberately on account of its relatively high moisture content, were sent to the laboratories which had agreed to take part in this collaborative study. The sampling and despatch of the samples from Paris was organized by the Institut Français du Café et du Cacao. Each sample (450 g) was sealed in an airtight polythene bag, and then placed in an aluminium screw-top can. Instructions were given for the samples not to be opened until immediately before the start of the determinations of moisture. The following methods were suggested, but the collaborators were free to make modifications, or select other methods of their own choice for this first stage.

Suggested methods for moisture determination

1. Oven-drying at 105 °C and atmospheric pressure (A. O. A. C.).
2. Oven-drying at 105 °C in two stages.
3. Oven-drying at 100 °C and reduced pressure.
4. Infra-red oven drying.
5. Oven-drying at 130 °C (whole beans).
6. Karl Fischer method.
7. Azeotropic-distillation method.
8. Guilbot reference method.
9. Electrical moisture meters (dielectric or resistance).

Results

The results received from 17 laboratories are collated and summarised in Table 2, in which results obtained under conditions that were as far as possible similar may be compared. These results have been expressed to the first decimal place, which is the limit of accuracy of most of the methods used, particularly those involving pre-drying of the sample before grinding. Only those results which provide significant indications of suitability of the methods used have been included, some results being excluded because they were excessi-

vely low on account of an obvious loss of water during grinding. Although there were naturally variations in procedure between different laboratories, such as different designs of ovens, grinders, etc., it has been possible to make comparisons between results obtained by different workers using methods that are basically similar.

The following conclusions can be drawn from the above results, taking each method in turn :-

Three laboratories used the Guilbot reference method, and obtained results that were practically identical (the actual results being 12.64, 12.58 and 12.63 %). This demonstrates the reproducibility of this method, the principle of which is based on a definition of water content quoted by GUILBOT (11), namely « 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 ». In this method, losses in weight due to decomposition of other constituents of coffee are avoided by drying at a relatively low temperature. Losses of volatile products other than water are still however possible on account of the reduced pressure. In one other laboratory the sample was dried under reduced pressure over phosphorus pentoxide for 88 hours at 70 °C, and a result obtained (12.49 %) that was only slightly lower than those obtained by the Guilbot method.

Oven-drying of whole beans at 130 °C in one or two stages gave results which varied from 12.3-13.1 % (the mean 12.6 %, being in agreement with the reference standard).

In general, attempts to dry whole beans in an air-oven at temperatures between 100-105 °C either gave low results, or required long drying periods. Some workers who ground the samples before oven-drying at 100-105 °C obtained low results, because of losses of water due to the production of heat during grinding. Four laboratories (Nos 10, 11, 13 and 16) ground their samples in the totally-enclosed Dangoumau mill, and only small losses of water occurred.

The most consistent results (12.2-12.7 %, mean 12.4 %) agreeing closely with those obtained by the reference method, were obtained by drying in air ovens at 100-105 °C in two stages, i. e. before and after grinding. The period of drying of the whole beans in the first stage varied between laboratories, some considering [like d'ORNANO and GUILBOT (14)] that it was only necessary to reduce the moisture content to such an extent that the sample was in equilibrium with the ambient air. Others dried the beans for times that varied up to 5 hours.

Two laboratories used vacuum ovens at 100 °C for drying, in one case over calcium oxide, but drying was no more rapid than without vacuum. No advantage

TABLE 2

	Method	Laboratory No.															
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
Air Oven Drying	Whole beans at 130 °C		12.5	12.7					13.1		12.8	12.8			10.2	12.3	12.3	10.2
	Whole beans at 100 °C plus				12.4		11.9			11.4	11.0	12.5						10.2
	Ground beans at 100 °C plus	11.6			12.4	10.6	7.6	11.4			12.4	12.6	12.0	12.0			12.4	
	Two-stage at 100 °C plus	12.3	12.5		12.7	12.2	12.5		12.2	11.9		12.6	12.7					
Misc. Vacuum Oven	Two-stage at 100 °C.		12.7						12.9									
	Guilbot method			12.6							12.6	12.6						
	Over P_2O_5 at 70 °C							12.5										
	— — 100-5 °C							13.0										
	Distillation	12.1[T]	11.7[T]						13.3[X]		12.1[T]							
	Dielectric meter		12.6*	12.9+						11.5+								
	Karl Fischer		14.0									12.5	11.2					

* Kappa — Kappa Electronics Ltd., London.

\+ HYB 22 — Compagnie des Compteurs de Montrouge.

T — Toluene.

X — Xylene.



Fig. 1. — Dielectric moisture meter

resulted from the use of vacuum, and the results obtained were slightly higher than the reference standard.

Azeotropic-distillation (with toluene or xylene) gave variable results. Trouble can be experienced as a result of a collection of water droplets in the reflux condenser, and complete removal of water from whole coffee beans is difficult. If the beans are partially dried before grinding, the accuracy of the method, which is more suitable for materials with high water contents, is reduced.

Three differing results were obtained by the Karl Fischer method. This method can only be used on predried and ground coffee beans, and requires a preliminary extraction of the water from the sample with a solvent (e. g. methanol).

Two types of dielectric moisture meters (Kappa and HYB 22) were used, and gave results that agreed with those obtained by the same workers using oven-drying methods. The accuracy of these meters is however dependent upon calibration by the standard method of moisture determination.

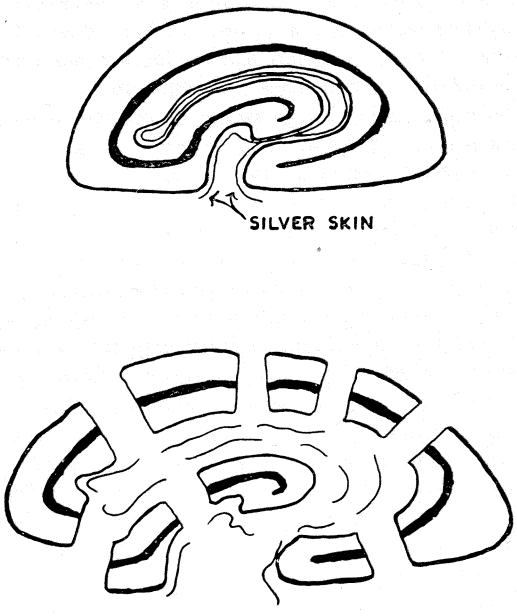
INDEPENDENT STUDY OF METHODS OF MOISTURE DETERMINATION

Additional determinations of moisture content were made by the author and other possible methods were explored, using the sample of raw coffee beans referred to above.

Another portion of this sample of raw beans was dried for 16 hours at 70 °C before grinding. The moisture content of the ground material was then determined by drying to constant weight in an air oven at 70 °C (21 hours) and also by drying in a vacuum oven at 70 °C (8 ½ hours). The results obtained (12.1 % and 11.7 % respectively) were both low, and showed that no advantage resulted from the use of a lower drying temperature either with or without vacuum.

A third part of the same sample of raw beans was put through a Hobart coffee grinder at its coarsest setting, which was just sufficient to crack the beans open into coarse particles. This material was used (in preference to the whole beans) for some determinations, thus eliminating sampling errors. It was very unlikely that any water was lost by grinding, and one would expect that the rate of water loss during subsequent determinations of moisture would be increased as a result of the significant increase in surface area. The fracture of a coffee bean under these conditions can be illustrated by the diagram (Fig. 2), which shows the section of a coffee bean and its fragmentation. The endosperm fractured first along the line of the internal cleft, the curved shells

Fig. 2. — Cross section of a coffee bean



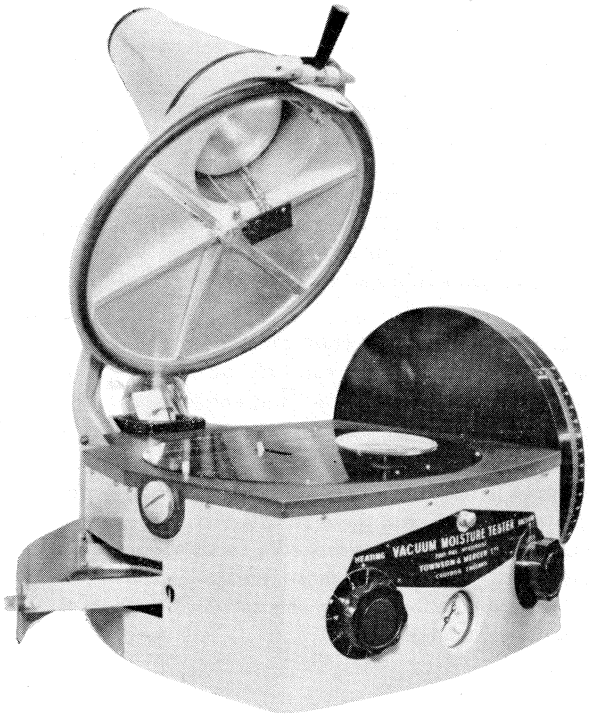


Fig. 3. — Townson and Mercer vacuum moisture tester

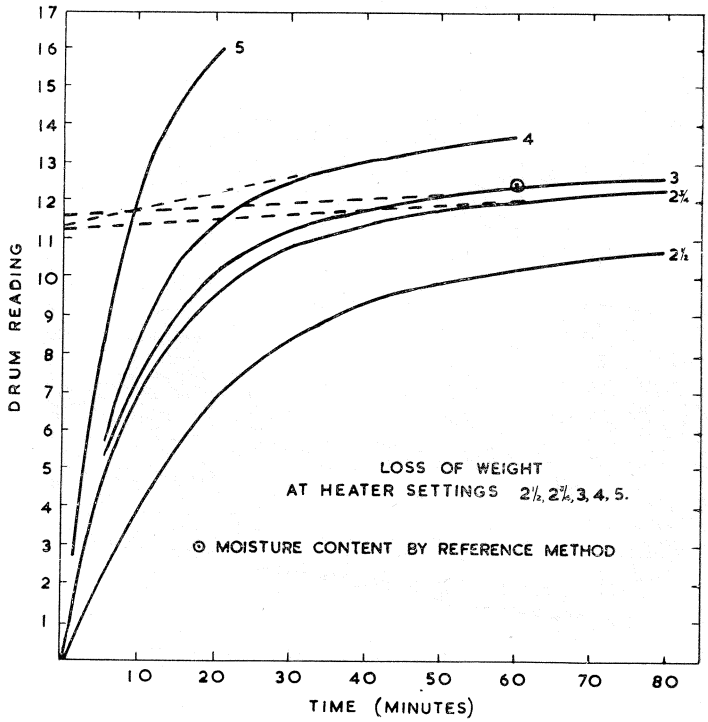


Fig. 4. — Determination of moisture in raw coffee beans with Townson and Mercer vacuum moisture tester

(about 1.4 mm thick) so produced then breaking into small fragments, 95 % of which were retained on a sieve with apertures 1.4 mm square. Apart from the small amount of chaff resulting from the « silver skin », the smallest particles were therefore not more than 1.4 mm in any direction, showing that no further subdivision of the endosperm fragments had occurred.

The percentage loss in weight of the above coarse material was 12.5 % when dried for 7 hours in an air-oven at 130 °C and also when dried for the same time in a vacuum oven at 130 °C. In both cases the dried samples had turned a pale brown colour, and crystals of caffeine were observed to have condensed on the window of the vacuum oven. Losses in weight other than by evaporation of water had therefore taken place, but were probably partly compensated for by incomplete evaporation of water, as the results agreed reasonably well with the reference standard (12.6 %).

The possible use of a method of rapid drying by infra-red heating with the Townson and Mercer Vacuum Moisture Tester was explored. In this apparatus (Fig. 3) the sample (5 g) supported on a balance pan, is heated by the radiation from an infra-red lamp, the whole being enclosed in an evacuated chamber. The percentage loss in weight may be read off continuously from a calibrated drum. Nominally readings are taken at regular intervals until there is no further loss in weight. In practice it was found that raw coffee continually lost weight, partly by evaporation of water and partly by decomposition, which was indicated by the pale brown colour of the dried material.

Using the coarsely-ground sample of raw coffee, determinations were made at different settings of the heating lamp, the losses in weight recorded and plotted (Fig. 4). At each setting of the heater a point was reached beyond which the rate of loss in weight became constant, producing a straight line. Assuming that the slope of each line represented a loss of weight by decomposition, and that the decomposition was constant throughout the determination, projection of the lines backwards to cut the ordinate might indicate the true water content of the sample at the point of intersection. The points of intersection of three of the projected lines coincided approximately at 11.4 %. This corrected result is lower than the standard value (12.6 %), showing that the method of correction for decomposition was not justified. A result equal to the standard value for this sample of raw coffee was obtained in 60 minutes at No. 3 setting of the heater. This type of moisture meter can therefore be operated with organic material such as raw coffee only under strictly controlled conditions, and must be standardised for each type of material to be tested using an accepted method of moisture determination. It however has the advantage of speed, and may be suitable as a rapid control method when only a small sample is available.

CONCLUSIONS

The wide range of results (not all of which are included in table 2), obtained by different methods and in different laboratories, shows that the determination of moisture in raw coffee beans is indeed difficult. This is mainly on account of the difficulties of drying the whole beans in their original state, or of grinding them without loss of water.

The three laboratories that used the Guilbot reference method obtained excellent agreement in their results, and this method has been accepted as the reference standard in this investigation. The only disadvantages of this method are the long time required for the determination (at least 150 hours) and possible errors due to lack of homogeneity of the small sample (3 g which may comprise only 20-30 beans) required for each determination. These sampling errors were considered and examined by d'ORNANO et al. (13). They found that better reproducibility could be obtained if three times the weight of sample was taken for the determination, and the sample divided into three parts after grinding for individual determinations ; but the good reproducibility was however misleading as sampling errors were covered up, and this procedure was only a check on the method itself. The homogeneity of the sample can however be much improved if the whole coffee beans are « cracked » by passing through a coffee mill with the grinders set wide apart. Similar results might be expected by passing them between rollers, or by treating them for a short time in a Turmix or Waring type of blender, with fast-rotating knives. It is unlikely that any of these treatments would result in any development of heat and consequent loss of water.

Quite good agreement was obtained between the results from different laboratories using a two-stage oven-drying method at 100-105 °C, the mean value of their results being only slightly lower than the reference standard, one laboratory obtaining identical results by the two methods. This method is the most suitable for further investigation. A proposal that such a two-stage oven-drying method should be adopted as a legal method (in Portugal) was made by BAIÃO ESTEVES (15). He found that the coefficient of variation between replicate samples was 1.02 %, and proposed a tolerance of ± 0.2 % in the determination of moisture.

Again, quite good agreement between results was obtained when whole beans were dried in air-ovens at 130 °C, the mean result being only slightly lower than the reference standard. The disadvantages of this method are those that are liable to arise from a lack of homogeneity in the 5 g sample used, and the possibility of losses in weight other than that due to loss of water. Under controlled conditions however these two sources of error tend to cancel each other out. This method is speedier than two-stage drying at 100-105 °C, it being possible to obtain a result within one working day, and is therefore worth further investigation. These same disadvantages would apply also to the use of infra-red moisture meters (such as the Townson and Mercer Vacuum Moisture Tester), but there is an advantage in the increased speed (one hour per determination). In these two last methods, errors due to lack of homogeneity of the sample can be eliminated by the use of « cracked » beans.

Dielectric moisture meters are suitable for technological purposes, as they have the advantage of speed. Fairly large samples are however required, and the meter must be calibrated by means of a recognised reference method. It is our experience with the Kappa Moisture Meter (Fig. 1) that, on account of uneven distribution of water throughout the interior of the beans, separate calibration curves are required for freshly-dried (or freshly-roasted) beans and for beans that have been in store for some time. This can however be overcome by allowing the samples to equilibrate before measurement. The calibration can also be affected by the type of bean (Arabica or Robusta) which therefore require separate calibration curves.

Infra-red moisture meters can also be used to obtain results rapidly, and they are satisfactory for control purposes, provided they are operated and calibrated under strictly controlled conditions.

PROPOSALS

As a result of this first stage of the investigation it is proposed that the next stage would be to standardise the experimental conditions of the three selected drying methods, and then examine a larger number of samples of raw beans of different types with a range of moisture contents. The details that require attention in the individual methods are :-

Guilbot reference method. To improve the homogeneity of the sample and reduce variations between individual determinations each on 3 g of the same sample, it is proposed that the sample of whole beans should be « cracked » by one of the methods suggested above. A 3-4 g portion of this coarse material should then be ground in the Dangoumau mill, and 3 g of the ground

sample weighed out for each determination, which would then be continued as usual.

Two-stage drying at 105 °C. It will be necessary to decide upon the time for the initial drying of the whole beans at 105 °C. The time should be such that the beans become sufficiently brittle for grinding without the development of heat and consequent loss of water, but not so long that there are possibilities of decomposition or of an increased risk of absorption of water from the atmosphere. It is probable that errors due to the former would be more likely than those due to the latter. Preliminary tests have indicated that pre-drying for 2 hours is sufficient for beans with high moisture contents. The oven temperatures specified by different laboratories have ranged from 100-105 °C. It is proposed that we specify 105 ± 1 °C.

To prevent any absorption of water by the dried sample whilst weighing, it is essential to use loosely-fitting lids on the dishes used for moisture determination. The lids must be placed on the dishes before they are transferred from the drying oven to the desiccator for cooling prior to weighing.

Drying of whole beans at 130 °C. To reduce errors due to lack of homogeneity of the sample, it is proposed that these determinations should be made on the beans that have been « cracked » as suggested above. It may thereby be possible to reduce the period or periods of drying at 130 °C, and so reduce the possibility of decomposition. A re-examination of the drying times will therefore be necessary.

In conclusion, we must thank those laboratories that have assisted in this investigation for the work they have done on the determination of moisture content, and also for their helpful comments.

REFERENCES

1. A. O. A. C. Methods of Analysis, 6th Edition, 1945.
3. — — 7th Edition, 1950.
3. — — 8th Edition, 1960.
4. G. SCHWARTZMAN. J. A. O. A. C., 1953, **36,** 661.
5. — J. A. O. A. C., 1954, **37,** 648.
6. Schweizerisches Lebensmittelbuch, 2nd Edition, 1909, 158.
7. D. A. B. LLEWELYN. Coffee Drying. Preliminary Report to the Coffee Board of Kenya, 1955, p. 8.
8. P. W. PUNNETT. *Tea and Coffee Trade J.*, Oct. 1961, **121,** 18.
9. D. S. BOYCE. *J. Agric. Univ. Puerto Rico*, 1960, **44,** 1176.
10. Green and Roasted Coffee Tests, Gordian Publishing House (Hamburg, 1963).
11. A. GUILBOT, *Café, Cacao, Thé*, 1963, **7,** 49.
12. — *Café, Cacao, Thé*, 1963, **7,** 192.
13. M. d'ORNANO, D. HAHN and S. POUGNEAUD, *Café, Cacao, Thé*, 1964, **8,** 113.
14. M. d'ORNANO and A. GUILBOT, *Café, Cacao, Thé*, 1964, **8,** 293.
15. A. BAIÃO ESTEVES, *Revista do Café Português*, 1960, **7** (27), 33-74.
16. R. COSTE, Les caféiers et les cafés dans le monde, tome II, vol. 1, p. 173 (Paris, 1959).
17. W. M. SCHWECKE and J. H. NELSON, *Anal. Chem.*, 1964, **36,** 689.
18. JAO-KAI WANG, *Hawaii Farm Sci.*, 1962, **11,** 4.
19. — *Trans. Am. Soc. Agr. Engrs.*, 1964, **7,** 42.
20. B. S. MILLER and H. D. KASLOW, *Food Tech.* Champaign, 1963, **17** (5), 142.
21. J. R. HART, K. H. NORRIS and C. GOLUMBIC *Cereal Chem.*, 1962, **39,** 94.

DISCUSSION

M. WOOTTON : 1) Although there is little comparative data, it is suggested that there may be an appreciable difference in moisture content as determined by oven methods using temperatures of 100 to 105 °C. In Nairobi, however, the boiling point of water is 95 °C owing to the altitude. To compare values obtained at Nairobi with those at sea-level, should we compare oven temperature of 95 °C (or 100 °C) with 100 °C (or 105 °C) respectively ?

2) Has any work been carried out, or is any contemplated, in order to analyse the evolved volatile material from « loss of weight » methods ? Ideally, of course, such an analysis for an acceptable method for the determination of moisture content should show 100 % water.

— M. SMITH : The aim of this working party should be to develop a simple standardized method that could be depended upon to give reproducible results in different laboratories in different parts of the world by semi-skilled laboratory assistants. The disadvantages of some methods are that they require expensive apparatus and expensive reagents (viz. Karl FISCHER).

I do not know what effects small variations in the temperature of the oven about 100 °C have on the results but it is probable that the rate of evaporation does not vary much within the range considered. It may not be essential to operate at a temperature above the boiling point of water.

M. NAVELLIER : M. le Président, je vous présente les excuses du Pr GUILBOT, malheureusement encore retenu en province aujourd'hui. Il espère néanmoins nous rejoindre avant la fin du colloque et participer à des échanges de vues avec tous ceux qui le désireront.

De sa part, je me permets d'apporter deux précisions qui vont peut-être répondre à une partie de vos préoccupations :

1) Comme l'a très bien exposé M. SMITH, cette méthode de référence n'est pas destinée à être employée tous les jours, elle est seulement un moyen idéal de dire ce que pourrait être la vraie teneur en eau d'après la définition de la teneur en eau, c'est-à-dire ce qui s'en va dans des conditions expérimentales données, dans un milieu anhydre. Cette méthode de référence n'est pas du tout destinée à des transactions commerciales, mais à étalonner les autres méthodes.

J'ai entendu avec beaucoup d'intérêt la remarque au sujet des variations du point d'ébullition de l'eau en fonction de l'altitude et c'est une observation certainement très importante. C'est pourquoi je pense que la conception que nous devons avoir d'une méthode pratique doit être non pas de définir une méthode unique que tout le monde appliquera de la même façon, quel que soit le pays et notamment l'altitude de ce pays, mais de définir une méthode dans son principe, dans son appareillage et de dire qu'elle devra être ajustée de façon à donner les mêmes résultats que la méthode de référence par une compensation des erreurs. C'est ce que vous avez indiqué tout à l'heure au sujet des teneurs en eau plus ou moins élevées que l'on pouvait déterminer selon l'altitude, selon le point d'ébullition de l'eau.

2) La seconde remarque que j'aie à faire de la part du Pr GUILBOT se rapporte à des essais en cours qu'il n'a malheureusement pas eu le temps de communiquer à M. SMITH et qui concernent le café torréfié.

Le café torréfié ne se prête pas bien au dosage de l'eau par la méthode de référence, car même à la température assez basse de 50 °C, on obtient une volatilisation partielle de composés volatils qui se trouvent dans ce café et on risque d'avoir une erreur par excès. Cette erreur n'est peut-être pas très forte, mais elle est apparente ; on voit un brunissement de l'anhydride phosphorique. Le Pr GUILBOT a considéré que la méthode de Karl FISCHER, au contraire, peut s'appliquer dans de bonnes conditions et voici ce qu'il écrit à ce sujet :

« Le broyage du café torréfié ne pose pas de problèmes particuliers, et il est plus facile que celui du café vert (ce que nous savons tous).

La méthode de FISCHER, à condition d'attendre le temps suffisant pour que la diffusion de l'eau se fasse complètement, fournit des résultats reproductibles et cohérents. Elle peut être proposée comme méthode de référence dans le cas du café torréfié.

Le séchage à 102° du café torréfié broyé pendant au moins 4 h, fournit des résultats en bon accord avec ceux de la méthode de FISCHER et peut servir de méthode pratique. Les écarts sont de l'ordre de 0,2 % en valeur absolue.

Cependant, pour les teneurs en eau très élevées, vers 10 %, ce qui est énorme pour un café torréfié, il est possible que les écarts deviennent notablement plus importants entre les deux méthodes, car il se forme des produits volatils qui sont entraînés par l'eau et les dérivés ».

— M. SMITH : I am sorry that M. GUILBOT is not present to-day to comment upon my report, but I hope that he will be present at the reunion of the working party on Friday.

M. d'ORNANO : Je voudrais dire d'abord au sujet de la méthode de référence de M. GUILBOT, que si les trois laboratoires ont donné des résultats extrêmement concordants, je crois que cela est un peu dû au hasard, car l'un de ces trois résultats, vraiment concordant, a été donné par notre laboratoire et provient d'une moyenne de cinq prises d'essai qui, elles, étaient beaucoup moins concordantes que les résultats des trois laboratoires. Donc, si par la suite la méthode de M. GUILBOT ne donnait pas une aussi bonne concordance, il ne faudrait pas s'en étonner ni accuser la méthode. Il s'agirait seulement d'une question d'hétérogénéité de l'échantillonnage (café vert en grains).

Au sujet des matières volatiles qui se dégagent au moment de l'étuvage, lorsque nous avons fait l'étude de ces déterminations à 100° et à 130 °C, nous avons exprimé les pertes de poids en logarithmes par rapport au temps, de façon à avoir des droites et non pas des courbes, et nous nous sommes rendu compte, surtout à 130 °C, que la perte de poids logarithmique n'était pas une droite, mais deux droites : au bout d'un certain temps d'étuvage, la droite de perte de poids change de pente, ce qui pourrait correspondre soit à une autre forme de départ de l'eau, soit au départ de l'eau liée au substrat du café par d'autres liaisons, soit au début du départ de matières volatiles autres que l'eau.

Au sujet de la méthode en deux temps à 130 °C, si nous n'avons pas proposé de briser ou de broyer le grain de café avant d'appliquer la méthode, c'est uniquement dans un but de simplification, pour que cette méthode soit aussi

simple que possible, applicable même dans les laboratoires les plus reculés. Ceci est justifié par le fait que l'une des grosses difficultés de standardisation des méthodes de détermination de l'eau provient de la difficulté de standardiser le broyage ; dans une méthode simple, il vaut peut-être mieux sacrifier un peu la précision à la rapidité et à la simplicité et se contenter de faire la détermination sur grains entiers, ce qui évitera d'avoir à discuter extrêmement longuement sur la taille des particules à laquelle on doit arriver après tel broyage, ou tel concassage, ou telle mouture.

— M. SMITH : I have emphasized in my paper the need to ensure homogeneity of the sample when using whole beans. Variations in the moisture distribution within the beans are possible. This is important even when large samples are employed in dielectric meters. The calibration of such meters depends on whether the sample is freshly dried, or has been stored for sufficient time for the moisture content to reach equilibrium. Lack of homogeneity is even more important in small samples (3-4 grams).

We would not expect to experience any difficulty with grinding of the samples when we come to examine roasted coffee, but owing to volatilization of volatile substances other than water, it will be essential to express the results on raw and roasted coffee according to a definition such as « Percentage loss in weight when the sample is dried under such and such conditions... »

Raw coffee beans contain little volatile matter other than water, but there are risks of volatilization of caffeine when operating at the higher temperatures.

SMITH (R. F.). — **Compte rendu sur la détermination de la teneur en eau du café vert.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 27-38, fig., réf.

Une étude a été entreprise sur les méthodes de détermination de la teneur en eau du café vert, dans le cadre des travaux de la deuxième commission (méthodes d'analyses) du colloque international sur la chimie des cafés.

Quelques-unes des méthodes existantes peuvent être appliquées aux grains entiers, mais en général, et notamment avec les méthodes d'étuvage, il faut d'abord réduire l'échantillon en petites particules. A cause de la dureté des grains de café vert, un broyage sans perte d'eau est difficile.

Dans le travail rapporté ici on a donc étudié tant la préparation de l'échantillon que la méthode de la détermination de la teneur en eau.

A la suite d'une étude internationale en collaboration à laquelle dix-huit laboratoires ont participé, on a retenu trois méthodes convenant à la poursuite de l'étude :

La méthode de référence de GUILBOT dans laquelle l'échantillon broyé est séché sous une pression d'air réduite en présence d'anhydride phosphorique. Cette méthode repose sur la définition suivante de la teneur en eau : « la quantité d'eau perdue par un produit lorsqu'on l'amène en équilibre avec une tension de vapeur d'eau pratiquement nulle ».

Comme méthodes pratiques, l'étuvage à 105 °C en deux stades, l'un avant, l'autre après le broyage et l'étuvage des grains entiers à 130 °C.

Les deux méthodes d'étuvage ont donné, sur un même échantillon de café vert, des résultats en accord avec ceux obtenus avec la méthode de référence de GUILBOT. En raison de la teneur en eau un peu élevée de cet échantillon, un séchage préalable était nécessaire avec la dernière méthode.

Les doseurs d'humidité de type diélectrique conviennent dans le domaine de la technologie. Ils sont rapides, mais exigent des échantillons assez importants et il faut étalonner ces doseurs à l'aide d'une méthode standard reconnue.

D'autres méthodes ont été envisagées, mais elles se sont révélées mal adaptées. Parmi celles-ci on peut citer la méthode de Karl FISCHER et la distillation azéotrope.

SMITH (R. F.). — **A report on the determination of moisture in raw coffee beans.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 27-38, fig., réf.

An investigation has been made of methods for the determination of the moisture content of raw coffee beans, as part of the work of the Second Commission (Methods of Analysis) of the International Symposium on the Chemistry of Coffee.

Some of the methods that are available can be applied to the whole beans, but in general and in particular with oven-drying methods, a preliminary reduction in particle-size is necessary. Owing to the tough nature of raw coffee beans, grinding without loss of water is difficult. This investigation therefore involved an examination of the preparation of the sample, in addition to an examination of the actual method of water determination.

As a result of an international collaborative study, in which 18 laboratories have taken part, a selection has been made of three methods that are suitable for further study. The GUILBOT reference method, in which the ground sample is dried under reduced pressure and in the presence of phosphorus pentoxide, was used as the absolute standard. The basis of this method is a definition that moisture content is « the quantity of water lost by a product when it is brought into equilibrium with a water vapour pressure of practically zero ».

Oven-drying at 105 °C in two stages, one before and one after grinding, is recommended as a routine method. Oven-drying of whole beans at 130 °C is proposed as an alternative routine method. Both oven-drying methods have given results, with a single sample of raw coffee beans, that agreed well with those obtained by the GUILBOT reference method. A preliminary drying of the sample before grinding was necessary with the latter method, on account of the rather high moisture content of this sample.

Dielectric moisture meters are suitable in the field of technology. They are rapid, but require rather large samples and the meters must first be calibrated by means of a recognized standard method. Other methods that have been considered, but found to be unsuitable, were the Karl FISCHER and azeotropic-distillation methods.

SMITH (R. F.). — **Ein Bericht über die Bestimmung des Wassers im rohen Bohnenkaffee.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 27-38, fig., réf.

Eine Untersuchung über die Bestimmungmethoden des Wassergehaltes des rohen Bohnenkaffees war, als ein Teil der Arbeit der zweiten Kommission des Internationalen Symposiums über die Chemie des Kaffees, gemacht worden.

Einige der vorhandenen Methoden können für ganze Bohnen angewandt werden, aber gewöhnlich und besonders bei den Ofentrocknungsmethoden, muss man erstmal die Teilchengrösse ermässigen. Wegen der harten Beschaffenheit des rohen Bohnenkaffees, ist das Mahlen ohne Wasserverlust schwierig. Diese Untersuchung, nebenbei eine Untersuchung der Methode der Wasserbestimmung, schloss daher eine Untersuchung der Vorbereitung der Warenprobe.

Infolge eines Internationalen Studiums an welchem 18 Laboratorien mitgearbeitet haben, wurden drei passende Methoden für eine weiteres Studium ausgewahlt. Die Nachschlagemethode von GUILBOT, bei welcher die feingemahlene Probe unter ermässigtem Druck und im Gegenwart von Phosphoranhydrid getrocknet wird, wurde als Absolutestandarte adoptiert. Die Grundlage dieser Methode ist die Begriffsbestimmung, der Wassergehalt ist « die Menge des Wassers die aus einem Erzeugnis verloren geht wenn es mit einer Wasserdampftension von praktische Null ins Gleichgewicht gebracht wird ».

Ofentrocknung bei 105 °C in zwei Stufen b. z. w. vor und nach einem Mahlen, ist als praktische Methode empfohlen. Ofentrocknung der ganzen Bohnen bei 130 °C ist als alternative praktische Methode vorgeschlagen. Bei einer einzelnen Probe des rohen Bohnenkaffees, haben die Ofentrocknungsmethoden Ergebnisse, die mit denjenigen der Nachschlagmethode von GUILBOT erreicht waren, ergeben. Wegen des ziemlich hohen Wassergehaltes dieser Proben, wurde eine Vortrocknung der Probe vor dem Mahlen mit dieser letzten Methode angewandt.

Dielektrische Wassergehaltzähler sind passend in dem technischen Gebiet. Diese sind schnell, aber erfordern grosse Proben, und die Zähler müssen zuerst mit einer anerkannten Normalmethode kalibriert sein. Die Karl FISCHER und Azeotropischer-distillierung Methoden sind in Betracht gezogen, aber als ungeeignet gefunden worden.

SMITH (R. F.). — **Informe sobre la determinación del contenido de agua del café verde.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 27-38, fig., réf.

Se ha desarrollado un estudio sobre los métodos de determinación del contenido de agua del café verde, dentro del marco de los trabajos de la segunda comisión (métodos de análisis) del coloquio internacional sobre la química de los cafés.

Algunos de los métodos existentes pueden aplicarse a los granos enteros pero, generalmente, y sobre todo con los métodos de desecación en la estufa, es preciso reducir la muestra en finas partículas. Dada la dureza de los granos de café verde es difícil triturarlos sin pérdida de agua.

En el trabajo presentado aquí se ha estudiado, pues, tanto la preparación de la muestra como la determinación de su contenido de agua.

Después de un estudio internacional en el cual tomaron parte 18 laboratorios, se conservaron tres métodos para continuar los trabajos :

El método de referencia de GUILBOT en el cual la muestra triturada se seca bajo una presión de aire reducida en presencia de anhídrido fosfórico. Este método se basa sobre la definición siguiente del contenido de agua : « la cantidad de agua que pierde un producto cuando se pone en equilibrio con una tensión de vapor de agua casi nula ».

Pueden utilizarse dos métodos prácticos para la desecación en la estufa : uno a la temperatura de 105 °C en dos etapas, antes y después de la trituración ; el otro, sometiendo a la temperatura de 130 °C los granos enteros.

Ambos métodos aplicados a una misma muestra de café verde han dado resultados que concuerdan con los del método de referencia de GUILBOT. Como el contenido de agua de la muestra era algo elevado, con el último método era preciso secarla previamente.

Los aparatos para medir la humedad de tipo dieléctrico convienen en el campo de la tecnología. Son rápidos pero necesitan muestras bastante importantes y es preciso contrastarlos con un método estandar aprobado.

Se tomaron en consideración otros métodos, pero se revelaron poco adaptados. Entre ellos pueden citarse el método de Karl FISCHER y la destilación aceotrópica.

SMITH (R. F.). — **Relato sobre a determinação do teor en água do café cru.** Second Colloque International, sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 27-38, fig., réf.

Empreendeu-se um estudo sobre os métodos de determinação do teor em água do café cru no âmbito dos trabalhos da segunda comissão (métodos de análise) do colóquio internacional sobre a química dos cafés.

Alguns dos métodos existentes podem ser aplicados ao grão inteiro, mas em geral, e sobretudo com os métodos de secagem em estufa, é necessário reduzir primeiro a amostra a pequenas partículas. Contudo a moenda sem perda de água é difícil dada a dureza do grão de café cru.

No trabalho, de que este relatório dá conta, estudou-se a preparação da amostra e o método de determinação do teor em água.

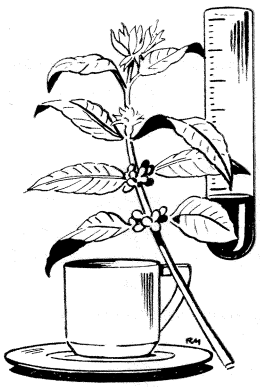
Em consequência de um estudo internacional em que colaboram 18 laboratórios, seleccionaram-se três métodos que pareceram os mais convenientes para prosseguir o referido estudo : o método de referência de GUILBOT, em que a amostra moída é seca em presença do anidrido fosfórico, sob reduzida pressão de ar. Este método assentana seguinte definição do teor em água : « a quantidade de água perdida por um produto, quando posto em equilíbrio com uma tensão de vapor de água pràticamente nula ».

Como métodos práticos, a secagem em estufa a 105 °C em duas fases, uma antes outra depois da moenda, e a secagem em estufa do groã inteiro a 130 °C.

Os dois métodos de secagem em estufa deram, para uma mesma amostra de café cru, resultados concordantes com os obtidos pelo método de referência de GUILBOT. Dado o elevado teor em água da amostra usada, foi necessário realizar uma secagem preliminar ao utilizar o último dos métodos indicados.

Os medidores de humidade do tipo dieléctrico são mais apropriados no âmbito da tecnologia. São rápidos, mas exigem amostras bastante importantes e é necessário aferí-los por um método padrão reconhecido.

Consideraram-se outros métodos, mas revelaram-se inadequados. Entre eles podem citar-se o método de Karl FISCHER e a destilação azeotrópica.



TENEURS COMPARÉES EN OLIGOSACCHARIDES DE QUELQUES VARIÉTÉS DE CAFÉ VERT. ÉTUDE PRÉLIMINAIRE DES POLYSACCHARIDES EXTRACTIBLES PAR L'EAU

J.-CL. GLOMAUD, F. PERCHERON, J. E. COURTOIS
Laboratoire de chimie biologique, Faculté de pharmacie, Paris

A l'occasion du premier colloque international de 1963 sur la chimie des cafés, nous avions exposé les premiers résultats de nos recherches sur les constituants glucidiques d'un échantillon de café vert (*Coffea canephora*, variété *robusta*) (1).

Nous avions montré la présence, chez cette variété de café, à côté du saccharose, de deux autres oligosaccharides non réducteurs, le raffinose et le stachyose, obtenus par extraction hydroalcoolique. De plus, l'extraction aqueuse à froid, puis à chaud, nous avait permis d'isoler deux polysaccharides semblant appartenir au groupe des hémicelluloses. Afin de vérifier si le raffinose et le stachyose se retrouvent régulièrement dans les graines du genre *Coffea*, nous avons examiné la composition glucidique de diverses espèces ou variétés du genre *Coffea*. Tous les échantillons, aimablement fournis par M. LENEUF, de l'Institut d'Enseignement et de Recherches tropicales, proviennent de plantes cultivées dans les mêmes conditions écologiques et atmosphériques dans la région d'Abidjan (Côte d'Ivoire), bien que provenant de semences d'origines géographiques variées. Nous avons comparé cette composition à celle d'un échantillon de *Coffea canephora* provenant de l'Institut Français du Café et du Cacao. Nous avons pu étudier les dix variétés suivantes :

TABLEAU I

Systématique du genre *Coffea* (d'après CHEVALIER)

Genre *Coffea* L. → **section** *Eucoffea* (K. Schum)	**sous-section** *Erythrocoffea* (Chev.)	*Coffea canephora* P.		var. Kouillou
				var. Robusta
				I. F. C. C.
				Ebobo
				Akandjé
				Dianlé
		Coffea arabica L.,	origine	Madagascar
				Colombie
				San Salvador
				Togo Kouma
	sous-section *Pachycoffea* (Chev.)	*Coffea liberica* (B. et H.)		var. Indeniensis (Sibert)
				var. Excelsa (Chev.)

Nous exposerons nos résultats concernant la composition qualitative et quantitative en oligosaccharides et en polysaccharides hydrosolubles.

COMPOSITION QUALITATIVE EN OLIGOSACCHARIDES

Tous les échantillons contiennent du raffinose et du stachyose à côté d'une quantité beaucoup plus importante de saccharose.

TENEUR EN OLIGOSACCHARIDES TOTAUX

Cette détermination, qui n'a pu être effectuée que sur les cinq variétés dont nous possédions une quantité suffisante a donné les chiffres suivants :

TABLEAU II

Teneur en oligosaccharides totaux

Variétés		Oligosaccharides dosés par leur pouvoir réducteur après hydrolyse acide et exprimés en glucose
C. canephora	var. Kouillou	3,77 g %
	var. Robusta I. F. C. C.	5,40 g %
	var. Robusta Ebobo	3,97 g %
	var. Robusta Akandjé	2,82 g %
C. liberica	var. Excelsa	4,37 g %

La teneur en oligosaccharides totaux (exprimée en glucose) est très variable. Pour les variétés cultivées en Côte d'Ivoire les valeurs trouvées s'échelonnent de 1,82 à 4,37 %. Mais un échantillon de variété Robusta fourni par l'I. F. C. C. en contient 5,40 g %. Nous rencontrons il est vrai une grande diversité parmi les valeurs figurant dans la littérature et les comparaisons sont difficiles, car bien souvent les résultats des dosages sont indiqués sans qu'il soit fait mention des techniques utilisées. De plus, la complexité de la classification du genre *Coffea* et la création d'une multitude d'hybrides rendent encore cette question plus touffue.

Il serait intéressant, comme l'a signalé ROELOFSEN (2), de connaître le taux en acide chlorogénique de ces échantillons et de calculer le rapport sucres/acide chlorogénique, ce rapport ayant une probable influence sur le goût.

PROPORTIONS RELATIVES DES TROIS OLIGOSACCHARIDES NON RÉDUCTEURS

Après séparation chromatographique sur papier, nous avons pu déterminer les proportions relatives des trois oligosaccharides par dosage colorimétrique. Ces trois dérivés contiennent un cycle fructofuranoside terminal qui est aisément déshydraté par les acides, à chaud, en hydroxyméthyl-5-furfural qui donnent avec l'acide thiobarbiturique une intense coloration jaune (technique de PERCHERON) (3).

Les valeurs trouvées s'établissent ainsi :

TABLEAU III

Proportions relatives des trois oligosaccharides non réducteurs

Coffea canephora	var. Kouillou	97,13 % Sac. 1,30 % Raf. 1,57 % Sta.	
		97,88 % Sac. 0,69 % Raf. 1,43 % Sta.	I.F.C.C.
	var. Robusta	97,27 % Sac. 1,25 % Raf. 1,48 % Sta.	EBOBO
		96,31 % Sac. 1,51 % Raf. 2,18 % Sta.	AKANDJÉ
Coffea liberica	var. Excelsa	97,72 % Sac. 0,82 % Raf. 1,46 % Sta.	

FRENCH (4) et COURTOIS (5) ont montré qu'un bon nombre de familles botaniques renferment des oligosaccharides que l'on a groupés sous le nom de « série du raffinose » qui sont des galactosides du saccharose, répondant à la formule générale suivante :
α-D-galactosido (1 →6) [α-D-galactosido (1 →6)]^n-α-D-glucosido (1 → ← 2) β-D-fructoside.

Ayant retrouvé chez dix variétés du genre *Coffea* le raffinose, n = 0, et le stachyose, n = 1, nous pouvons maintenant ajouter la famille des rubiacées aux listes mentionnées dans les travaux cités ci-dessus.

Ces deux oligosaccharides représentent de 2,12 à 3,69 % des oligosaccharides totaux. Comme on peut le voir dans le tableau III, chez toutes les variétés étudiées, la quantité de stachyose est supérieure à celle du raffinose. Il est permis d'envisager qu'une partie du raffinose puisse servir de donateur de restes α-[D-galactosyle] pour permettre la biosynthèse du stachyose par transfert de ce reste sur les autres molécules de raffinose. Le stachyose se formerait alors aux dépens du raffinose ce qui expliquerait la teneur plus faible en cette dernière substance.

POLYSACCHARIDES

Nous avons extrait des cinq variétés mentionnées précédemment les polysaccharides hydrosolubles par des extractions aqueuses menées d'abord à froid puis au bain-marie à 100°. Il ne nous est pas possible d'indiquer les teneurs respectives de ces variétés en polysaccharides solubles, car les procédés de purification (précipitation par l'éthanol, dialyses, etc...) entraînent des pertes considérables. Nous avons pu, par contre, examiner la composition de ces polysaccharides dans l'échantillon de l'I. F. C. C.

Dans tous les cas, nous avons trouvé, à côté de quantités importantes d'arabinose et de galactose, de faibles quantités d'acides uroniques parmi lesquels la chromatographie révèle la présence d'acide galacturonique. La faible teneur en acides uroniques ne permet pas de classer ces polysaccharides dans les pectines, mais nous pouvons inclure ceux-ci dans le vaste groupe des polysaccharides appelés généralement hémicelluloses.

Disposant d'une quantité suffisante de graines de *Coffea canephora* nous avons purifié les polysaccharides de cette espèce et déterminé leur composition en glucides qui est la suivante :

Acides uroniques ..... 9,44 % (6)
(Technique de BITTER et MUIR)
Arabinose ..... 30 %
Galactose ..... 60,56 % (7)
(Technique de GREGORY)

soit pour 1 molécule d'acide uronique, 3 molécules d'arabinose et 6 molécules de galactose.

Ceci nous a permis de constater une identité de composition pour les deux hémicelluloses extraites respectivement par l'eau froide et par l'eau bouillante. Il s'agit donc de deux polysaccharides très proches ne différant vraisemblablement que par leur degré de polymérisation. Seules la détermination de la structure de ces polysaccharides, par les techniques classiques de méthylation, oxydation périodique, et l'identification d'oligosaccharides obtenus par hydrolyse partielle pourront faire conclure à l'identité de ces substances.

BIBLIOGRAPHIE

1. J. E. COURTOIS, F. PERCHERON, J.-Cl. GLOMAUD, *Café, Cacao, Thé*, 1963, **7**, 231-236.
2. ROELOFSEN, *Archief Koffiecultuur Ned. Indië*, 1939, **13**, 151.
3. F. PERCHERON, *Bull. Soc. chim.*, 1963, 1684.
4. D. FRENCH, *Advances in Carbohydrates Chemistry*, 1954, **9**, 149.
5. J. E. COURTOIS, *Bull. Soc. Chim. biol.*, 1960, **42**, 1451.
6. T. BITTER et H. M. MUIR, *Anal. Biochem.*, 1962, **4**, 4.
7. J. D. GREGORY, *Arch. Biochem. Biophys.*, 1960, **89**, 157.

DISCUSSION

M. LEVENSON : Are differences you found due to genetic or environmental effects ?

— M. GLOMAUD : Les échantillons nous ont été fournis par l'ORSTOM (Abidjan) et nous avons pensé que nous avions intérêt à étudier tout d'abord différents échantillons poussant dans les mêmes conditions pour connaître leur composition en oligosaccharides et qu'ensuite, en reprenant les mêmes échantillons ayant poussé dans leurs conditions géographiques normales, nous pourrions faire une comparaison intéressante.

M. HEESTERMAN : La présence de polymères de fructose a-t-elle une influence défavorable sur la précision de la détermination de l'eau, les composés du fructose étant généralement assez peu stables au cours du chauffage à l'étuve ?

— M. GLOMAUD : Certains auteurs ont cité la présence de fructosanes, mais ces fructosanes, nous ne les avons pas retrouvés lors de l'extraction aqueuse, à froid ni à chaud ; les seuls composés du fructose que nous ayons trouvés sont les trois oligosaccharides : saccharose, raffinose, stachyose. Il se peut que, par la suite, lors d'extractions par des alcalis, nous puissions trouver des polymères du fructose, mais jusqu'à maintenant, nous n'en avons pas trouvé.

— M. PERCHERON : Parmi les constituants des polysaccharides, les acides uroniques se décomposent aisément sous l'action de la chaleur : ils perdent facilement de l'eau et aboutissent à des composés insaturés.

Il se peut que des constituants des tissus de soutien des grains de café contiennent suffisamment d'acides uroniques pour entraîner une perte en eau plus considérable, soit par chauffage, soit au cours du broyage.

GLOMAUD (J.-Cl.), PERCHERON (F.), COURTOIS (J. E.). — **Teneurs comparées en oligosaccharides de quelques variétés de café vert. Etude préliminaire des polysaccharides extractibles par l'eau.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 39-43, tabl., réf.

Afin de vérifier si le raffinose et le stachyose se retrouvent régulièrement dans les graines du genre *Coffea*, les AA. ont examiné la composition glucidique de dix variétés de ce genre. Les résultats obtenus sur la composition qualitative et quantitative en oligosaccharides et en polysaccharides hydrosolubles font l'objet de l'exposé :

— tous les échantillons contiennent du raffinose et du stachyose à côté d'une quantité beaucoup plus importante de saccharose,

— la teneur en oligosaccharides totaux (calculée pour cinq variétés) est très variable, les valeurs trouvées allant de 1,82 à 4,37 %,

— les proportions relatives des trois oligosaccharides non réducteurs ont été déterminées. Chez toutes les variétés étudiées, la quantité de stachyose est supérieure à celle de raffinose ; il se pourrait que le stachyose se forme aux dépens du raffinose,

— les polysaccharides hydrosolubles de cinq variétés ont été isolés par extractions aqueuses à froid puis à chaud. Dans tous les cas on a trouvé à côté d'importantes quantités d'arabinose et de galactose, de faibles quantités d'acides uroniques. Ceci permet de classer ces polysaccharides dans le vaste groupe des hémicelluloses.

Il y a identité de composition pour les deux hémicelluloses extraites respectivement à l'eau froide et à l'eau chaude ; il s'agit donc de deux polysaccharides qui ne différeraient que par leur degré de polymérisation.

GLOMAUD (J.-Cl.), PERCHERON (F.), COURTOIS (J. E.). — **Comparison of the oligo-saccharide content of some raw coffees. Preliminary study of the water soluble polysaccharides.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 39-43, tabl., réf.

In order to find out if raffinose and stachyose are found consistently in the seed of the *Coffea* species, the AA. examined the glucidic composition of ten varieties of this species. The results obtained in regard to the qualitative and quantitative content in oligosaccharides and polysaccharides are the subject of this paper :

— all the samples contain raffinose and stachyose together with a much larger quantity of saccharose,

— the total oligosaccharide content (calculated for five varieties) is very variable, the figures obtained lying between 1,82 and 4,37 %,

— the relative proportions of the non-reductor oligosaccharides have been determined. In the case of all the varieties studied, the amount of stachyose is greater than that of the raffinose ; it is possible that stachyose is formed at the expense of the raffinose,

— the water soluble polysaccharides of five varieties have been isolated by cold and then hot water extraction. In each case, in addition to considerable amounts of arabinose and galactose, small quantities of uronic acids were found. This makes it possible to classify these polysaccharides under the heading of the vast group of hemicelluloses.

The composition is identical in the case of the two hemicelluloses extracted respectively by cold and hot water ; it is therefore a case of two polysaccharides which only differ in their degree of polymerisation.

GLOMAUD (J.-Cl.), PERCHERON (F.), COURTOIS (J. E.). — **Vergleichende Gehalte an Oligosacchariden einiger Rohkaffee Sorten. Voruntersuchung der durch Wasser extrahierbaren Polysaccharide.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 39-43, tabl., réf.

Um festzustellen, ob Raffinose und Stachyose regelmässig in den Bohnen der *Coffea* Gattung enthalten sind, untersuchten die Autoren bei zehn Sorten dieser Gattung die Zusammensetzung in Bezug auf die Kohlenhydrate. Die erzielten Ergebnisse hinsichtlich der qualitativen und quantitativen Zusammensetzung aus Oligosacchariden und wasserlöslichen Polysacchariden wurden dargelegt :

— alle Proben enthalten Raffinose und Stachyose neben grösseren Mengen an Saccharose,

— der Gehalt an Gesamtoligosacchariden (für fünf Sorten berechnet) war sehr verschieden und betrug zwischen 1,82 und 4,37 %,

— die Anteile der drei nicht reduzierenden Oligosaccharide wurden bestimmt, bei allen untersuchten Sorten war die Menge Stachyose höher als die Menge Raffinose ; die Stachyose könnte sich auf Kosten der Raffinose bilden,

— die wasserlöslichen Polysaccharide von fünf Sorten wurden durch kalt und sodann warm vorgenommene wässerige Extraktionen abgesondert. In allen Fällen wurden neben bedeutenden Mengen Arabinose und Galaktose kleinere Mengen Uronsäure gefunden. Deshalb können diese Polysaccharide in die weitreichende Gruppe der Hemizellulosen eingereiht werden.

Es besteht Übereinstimmung in der Zusammensetzung für die beiden je durch kaltes und warmes Wasser extrahierten Hemizellulosen ; es würde sich demnach um zwei Polysaccharide handeln, die sich nur durch ihren Polymerisationsgrad unterscheiden würden.

GLOMAUD (J.-Cl.), PERCHERON (F.), COURTOIS (J. E.). — **Contenidos comparados de oligosacaridas en algunas variedades de café verde. Estudio preliminar de los polisacaridas extractibles con el agua.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 39-43, tabl., réf.

Para comprobar si la rafinosa y la estaquiosa se hallan regularmente en los granos del género *Coffea*, los autores examinaron la composición glucídica de diez variedades de este género. Se presentan aquí los resultados obtenidos sobre la composición cualitativa y cuantitativa en oligosacaridas y polisacaridas hidrosolubles :

— en todas las muestras se hallan rafinosa y estaquiosa al lado de una cantidad mucho más importante de sacarosa,

— es muy variable el contenido de oligosacaridas totales (calculado para cinco variedades), siendo los valores extremos 1,82 y 4,37 %,

— se determinaron las proporciones relativas de los tres oligosacaridas no reductores. En todas las variedades estudiadas, la cantidad de estaquiosa es superior a la de la rafinosa ; podría ser que la estaquiosa se formara a costa de la rafinosa,

— los polisacaridas de cinco variedades se isolaron por extracciones acuosas en frío y después en caliente. En todos los casos se hallaron escasas cantidades de ácidos urónicos al lado de cantidades importantes de arabinosa y galactosa. Esto permite clasificar dichos polisacaridas en el extenso grupo de las hemicelulosas.

Hay identidad de composición para las dos hemicelulosas extraídas respectivamente con agua fría y con agua caliente ; puede tratarse, pues, de dos polisacaridas que sólo se diferencian por su grado de polimerización.

GLOMAUD (J.-Cl.), PERCHERON (F.), COURTOIS (J. E.). — **Comparação do teor em oligossacaridos de algumas variedades de café cru. Estudo preliminar dos polissacaridos extractiveis pela água.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 39-43, tabl., réf.

Para se verificar se a rafinose e a estaquiose se encontram regularmente no grão do género *Coffea*, os autores examinaram a composição glucídica de dez variedades deste género. Os resultados obtidos na composição qualitativa e quantitativa em oligossacaridos e em polissacaridos hidrossolúveis, são o objectivo desta exposição :

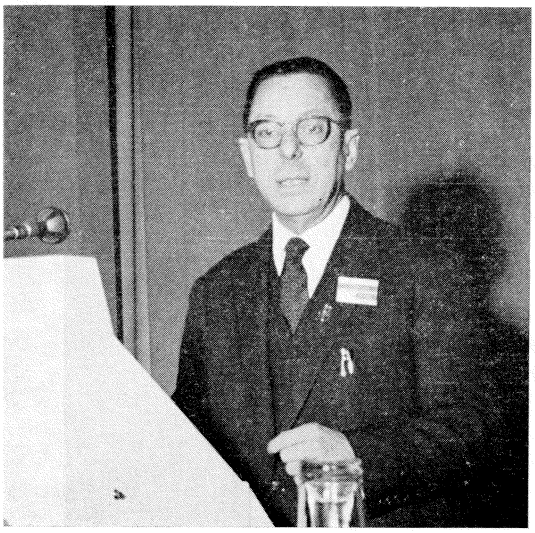
— Todas as amostras continham rafinose e estaquiose ao lado de uma quantidade bastante maior de sacarose ;

— O teor em oligossacaridos totais (calculado para cinco variedades) é muito variável. Estando os valores encontrados compreendidos entre 1,82 e 4,37 % ;

— Foi determinada a proporção relativa dos três oligossacaridos, não redutores. Em todas as variedades estudadas, a quantidade de estaquiose é superior à de rafinose. Pode admitir-se que a estaquiose se forma à custa da rafinose ;

— Os polissacaridos hidrossolúveis de cinco das variedades foram isolados por extracções aquosas a frio, e depois a quente. Em todos os casos encontrou-se, ao lado de importantes quantidades de arabinose e de galactose, fracas quantidades de ácidos urónicos. Isto permite classificar estes polissacaridos no vasto grupo das hemiceluloses.

Há identidade de composição entre as duas hemiceluloses extraídas respectivamente com a água fria e com a água quente. Trata-se portanto de dois polissacaridos que não diferem senão pelo seu grau de polimerização.



COMPTE RENDU DU GROUPE DE TRAVAIL SUR LA DÉTERMINATION DU TAUX DE CENDRES DES CAFÉS VERTS

P. NAVELLIER
Laboratoire municipal de Paris

Ce groupe de travail a été constitué en 1963, sur la suggestion du Professeur TELEGDY KOVATS.

En 1964, une chaîne d'analyses a été entreprise en vue de déterminer le taux de cendres du café vert par un mode opératoire satisfaisant, c'est-à-dire susceptible de fournir des résultats reproductibles.

Après échanges de vues entre les membres du groupe, cinq méthodes d'incinération ont été proposées pour ces essais :

1° méthode A. O. A. C. à 525° C ;

2° méthode A. O. A. C. à 525° C avec lessivage des cendres ;

3° méthode A. O. A. C., cendres sulfuriques ;

4° méthode à 550° C décrite dans l'ouvrage de R. COSTE ;

5° méthode à 650° C, par incinération simple.

Les participants étaient invités à suggérer, en outre, toute méthode ou variante de leur choix. Chacun d'eux a reçu un échantillon semblable de café vert Robusta. En retour, nous avons reçu dix-huit rapports, comportant 148 résultats numériques ; certains de ceux-ci représentent la moyenne de plusieurs déterminations : c'est donc un travail considérable qui a été effectué par le groupe, et je remercie vivement tous ceux qui ont bien voulu apporter leur collaboration.

Il serait trop long d'examiner en détail chacune des études reçues : je vais donc résumer l'essentiel, en m'efforçant de ne pas trop les déformer. Pour rendre les résultats comparables, je les ai tous rapportés à la matière sèche, soit d'après la teneur en eau indiquée par l'auteur, soit, à défaut, d'après la teneur en eau de 12, 6 p. 100, trouvée pour cet échantillon de café vert, en appliquant la méthode de référence dont M. SMITH vous a parlé. Les résultats ci-après représentent, pour chaque méthode, la moyenne des chiffres communiqués par chaque participant. Enfin, pour faciliter la discussion, les noms des auteurs ont été remplacés par des lettres.

L'incinération à 525° C (méthode I) a donné des résultats très dispersés (minimum 4,05 ; maximum 5,06). A cette température, il est difficile d'obtenir la combustion complète des résidus charbonneux, dont la présence influe en outre sur la formation et sur la décomposition des bicarbonates alcalins et alcalino-terreux. Lorsque les cendres solubles sont séparées par lessivage à l'eau, et que l'insoluble est incinéré séparément (méthode II), les résultats sont mieux groupés (minimum 4,22, maximum 4,65), mais les manipulations sont beaucoup plus longues.

La méthode III concerne les cendres sulfuriques. Les résultats sont dispersés de manière surprenante (4,82 à 6,24). Les difficultés provenant de la dissociation plus ou moins complète des carbonates et des bicarbonates étant supprimées, on pouvait penser que les résultats seraient mieux groupés. Mais ces réactions sont alors remplacées par la dissociation des sulfates acides. En outre, la confiance des opérateurs dans la stabilité des cendres sulfuriques les a amenés à adopter parfois des conditions d'incinération mal définies, par exemple le chauffage sur un bec de gaz. Plusieurs collègues ont proposé de multiplier par $\frac{8}{9}$ le résultat de l'incinération sulfurique, pour retomber sur le résultat de l'incinération simple. Dans ces cas, nous avons, à notre tour, multiplié les chiffres par $\frac{9}{8}$, pour les exprimer ici en cendres sulfuriques.

L'examen du tableau ci-après ne montre pas une bonne concordance entre les cendres sulfuriques multi-

CHAINE D'ANALYSES SUR LA DÉTERMINATION DU TAUX DE CENDRES DU CAFÉ VERT
Résumé des résultats, exprimés en grammes pour 100 grammes de matière sèche

Méthodes d'incinération essayées

	I	II	III	IV	V	VI
	AOAC à 525° C	AOAC à 525° C avec lessivage des cendres	Cendres sulfuriques	550° C	650° C	Autres méthodes
	4,05 (A) 4,66 (C) 5,06 (D) 4,46 (G) 4,80 (N) 4,70 (R)	4,22 (A) 4,43 (C) 4,42 (G) 4,57 (H) 4,65 (I) 4,35 (M) 4,51 (R)	5,79 (A) 6,14 (C) 5,68 (D) 6,14 (G) 6,24 (H) 4,82 (I) (sur bec de gaz) 5,1 (L) (sur bec de gaz) 6,07 (N) 5,56 (P)	4,68 (C) 4,72 (F) 4,51 (G) 4,41 (J) 4,49 (O) 4,75 (Q)	4,27 (A) 4,14 (C) 4,3 (E) 4,67 (F) 4,40 (G) 4,45 (H) 4,2 (M) 4,36 (N) 4,56 (O) 4,4 (P) 4,32 (Q) 4,4 (R)	4,54 (A) 4,14 (B) 4,68 (F) 4,62 (H) 4,76 (I) 4,31 (M) 5,1 (P)
Moyennes générales	4,62	4,45	5,73 $5{,}73 \times \frac{8}{9} = 5{,}09$	4,59	4,37	4,59

pliées par $\frac{8}{9}$ et les cendres simples. Ce coefficient ne serait d'ailleurs à recommander que si la répartition des métaux alcalins et alcalino-terreux dans le café était sensiblement constante, ce qui n'est pas le cas.

Les résultats obtenus à 550° C (méthode IV) et à 650° C (méthode V) sont plus cohérents que ceux des cendres sulfuriques, mais encore insuffisamment groupés pour que nous puissions déjà choisir une température d'incinération vraiment satisfaisante.

Mais la température n'est pas le seul facteur qui ait influencé les résultats de notre chaîne d'analyse. Chaque participant a apporté des modalités particulières, que nous allons examiner maintenant.

Préparation de l'échantillon

Les prises d'essai en grains risquent d'être moins représentatives que celles effectuées sur des échantillons broyés et homogénéisés. Mais le broyage expose à des risques de perte d'eau, et, de plus, la combustion de la poudre est plus difficile que celle des grains entiers. La discussion demeure donc ouverte à ce propos.

La masse de la prise d'essai a posé peu de problèmes : huit opérateurs ont choisi 5 g, un a préféré 2 g, un autre 3 g, deux ont dit 2 à 5 g, et un a demandé 5 à 10 g ; les autres n'ont pas exprimé de préférence. A ce propos, il semble que nous pouvons adopter les conclusions suivantes : si l'on travaille sur un produit convenablement homogénéisé, une prise d'essai de 2 g est suffisante. Si, au contraire, on utilise des grains entiers, ou simplement concassés, il est recommandable de prélever 5 g de prise d'essai. Dans tous les cas, il est utile de procéder à plusieurs essais, de manière à diminuer les chances de dispersion des résultats dues à l'hétérogénéité de l'échantillon.

Appareillage

La plupart des opérateurs ont choisi des capsules en platine, mais deux ont utilisé des capsules en silice.

La plupart des opérateurs ont utilisé un four électrique muni d'un régulateur de température ; trois d'entre eux ont indiqué qu'il s'agissait d'un four Chopin. Deux opérateurs ont utilisé des becs de gaz.

Inflammation

Ce stade de l'opération est important, car il arrive que les grains de café éclatent à ce moment, ce qui provoque la perte de petits fragments.

Trois procédés ont été suggérés pour éviter cet incident :

1° sécher le café à l'étuve, puis commencer doucement la carbonisation sur une plaque chauffante ;

2° imbiber le café d'alcool éthylique, puis enflammer. Mais la flamme s'éteint avant que la combustion des grains ne commence, et quand la flamme se rallume, des projections se produisent parfois ;

3° l'A. O. A. C. conseille de mouiller le café avec de l'huile d'olive. Toute autre huile végétale dépourvue de cendres convient aussi bien. Il faut alors chauffer un

peu la prise d'essai pour permettre l'inflammation, puis la combustion se poursuit progressivement, jusqu'à la carbonisation, stade à partir duquel les projections ne sont plus à redouter. Ce procédé est donc à retenir.

Mouillage ou lessivage des cendres

Dans le cas de l'incinération simple, la combustion complète de la matière organique est toujours fort longue, et parfois incomplète, notamment si des résidus charbonneux demeurent inclus dans des sels fondus, qui les protègent du contact oxydant de l'atmosphère.

Le simple mouillage des cendres avec un peu d'eau peut séparer le charbon de sa gangue, surtout si, en inclinant convenablement la capsule, on parvient à rassembler d'un côté le résidu insoluble, et à évaporer de l'autre la solution des cendres solubles. Une dessiccation poussée, à l'étuve, est alors nécessaire pour éviter que les sels cristallisés ne décrépitent lorsque la capsule est réintroduite dans le four.

Le lessivage des cendres par l'eau, en recueillant l'insoluble sur un filtre, incinéré séparément, est une variante plus aisée du mode opératoire précédent, mais cette manipulation demande plus de temps et exige les mêmes précautions.

C'est sans doute la technique la plus recommandable, si l'on n'est pas trop pressé d'obtenir le résultat.

L'influence de la température d'incinération n'apparaît pas nettement en dépouillant les résultats de notre chaîne d'analyses : en effet, si nous considérons les moyennes générales des résultats communiqués par tous les opérateurs, pour chaque température (abstraction faite, bien entendu, des cendres sulfuriques), nous constatons que les valeurs extrêmes de ces moyennes (4,37 et 4,62) sont comprises entre les chiffres extrêmes de chacune des colonnes, sauf la quatrième dont le chiffre le plus bas est 4,41.

Il y a donc lieu, pour connaître l'influence de la température d'incinération, de considérer ce facteur indépendamment des autres modalités expérimentales. Nous avons entrepris cette étude, qui fera l'objet d'un exposé séparé.

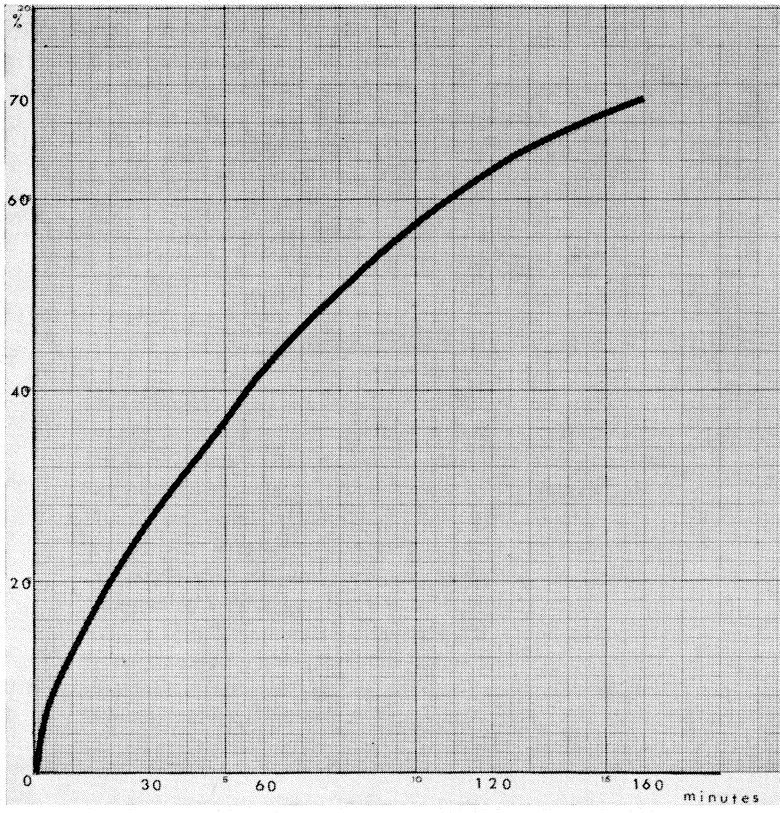
L'hygroscopicité des cendres a-t-elle une influence sur les résultats ? Les avis ont été partagés dans notre groupe de travail. Mais un participant a examiné ce problème : il a tout simplement abandonné les cendres de café dans l'atmosphère de son laboratoire, en les pesant de temps en temps. Ses résultats sont exprimés par la courbe ci-contre (Fig. 1). Au bout de 160 minutes, l'augmentation de masse des cendres atteint environ 70 p. 100. Ce temps est évidemment sans rapport avec les conditions pratiques des manipulations, mais cette durée de l'essai permet d'évaluer l'ampleur du phénomène. Cependant la courbe révèle que, dès les premières minutes, une augmentation de masse de 1 à 2 p. 100 est tout à fait vraisemblable et influence la dispersion des résultats.

Il importe donc de laisser les cendres refroidir dans un exsiccateur garni d'un déshydratant efficace. Lequel choisir ? Notre préférence va vers l'anhydride phosphorique, dont les qualités de sécurité d'action l'emportent, à notre avis, sur ses inconvénients (prix, nécessité de renouveler sa surface, causticité). Le gel de silice, souvent préconisé, doit être parfaitement sec, sinon il est moins hygroscopique que les cendres de café, et il risque de leur céder de l'eau.

La **pesée** doit, bien entendu, être effectuée en capsule couverte, et de préférence sur une balance à pesée rapide.

Voilà l'essentiel des remarques formulées par les membres de notre groupe de travail. Quant à leurs conclusions, elles sont quelque peu divergentes, et chacun des modes opératoires indiqués à ses partisans. Il y a donc lieu, maintenant, de discuter l'ensemble des résultats, de décider des études complémentaires à entreprendre, et sans doute de poursuivre notre tâche en préparant une nouvelle chaîne d'analyses pour la détermination des cendres du café vert.

Fig. 1. — Hygroscopicité des cendres du café



NAVELLIER (P.). — **Compte rendu du groupe de travail sur la détermination du taux de cendres des cafés verts.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 44-48, fig., tabl.

Un même échantillon de café vert a été réparti pour une chaîne d'analyses. Dix-huit laboratoires ont répondu au questionnaire qui accompagnait l'échantillon, en envoyant 148 résultats numériques et diverses remarques.

On a utilisé l'incinération entre 525 et 650 °C, avec diverses modifications, et la méthode des cendres sulfuriques. Les résultats sont assez cohérents, mais aucun mode opératoire n'a donné une vraiment bonne concordance.

Les températures d'incinération supérieures à 750 °C exposent à des pertes par volatilisation. Cette remarque est sans doute également valable dans le cas de la méthode des cendres sulfuriques, qui a donné des résultats plus bas lorsque l'incinération a été effectuée sur un bec de gaz, à température non contrôlée.

Les diverses causes de dispersion des résultats devront être discutées avant d'établir une méthode bien précisée.

NAVELLIER (P.). — **Report of the study group on the determination of the ash content of raw coffees.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 44-48, fig., tabl.

The same sample of raw coffee has been circulated for a series of analysis. Eighteen laboratories have answered the questionnaire which accompanied the sample, sending back 148 calculated results together with various remarks.

The method with ashing between 525 and 650 °C was used with various modifications, as well as the sulphurated ash method ; the results are fairly coherent, but not one of these methods gave really good agreement.

Incineration temperatures over 750 °C lead to losses by volatilization. This obviously also applies for the method by sulphurated ashes, which gave results lower when ashing was done with a gas burner, at an uncontrolled temperature.

Various causes of the dispersion of the results must be discussed before establishing a well defined method.

NAVELLIER (P.). — **Bericht der Arbeitsgruppe über die Bestimmung des Aschegehalts bei den Rohkaffees.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 44-48, fig. tabl.

Dieselbe Probe eines Rohkaffees wurde für eine Kettenanalyse verteilt. Achtzehn Laboratorien beantworteten den der Probe beigefügten Fragebogen, indem sie 148 zahlenmässige Ergebnisse sowie verschiedene Bemerkungen dazu einsandten.

Die Einäscherung wurde zwischen 525 und 650 °C mit verschiedenen Änderungen und der Methode der Zerstörung durch Schwefelsäure zur Bestimmung der Asche vorgenommen. Zwischen den Ergebnissen bestand ein gewisser Zusammenhang, aber keine Methodik ergab eine wirklich gute Übereinstimmung.

Einäscherungstemperaturen über 750 °C können zu Verlusten durch Verflüchtigung führen. Dies gilt vermutlich auch bei Anwendung der Methode der Zerstörung durch Schwefelsäure zur Bestimmung des Aschegehalts, die geringe Ergebnisse ergab, wenn die Einäscherung auf einem Gasbrenner bei unkontrollierter Temperatur erfolgte.

Die verschiedenen Ursachen des Mangels an Ubereinstimmung bei den Ergebnissen sind zuerst zu eröertern, bevor eine bestimmte Methode festgesetzt werden kann.

NAVELLIER (P.). — **Informe del grupo de trabajo sobre la determinación del contenido de cenizas de los cafés verdes.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 44-48, fig. tabl.

Una misma muestra de café verde fué distribuida entre varios laboratorios para que hiciesen una cadena de análisis. Dieciocho laboratorios respondieron al cuestionario que acompañaba la muestra y mandaron 148 resultados numéricos con varias observaciones.

Se utilizaron las técnicas de incineración entre 525 °C y 650 °C, con varias modificaciones, así como el método de las cenizas sulfúricas. Estos resultados son bastante coherentes pero ninguna técnica ha dado una concordancia del todo buena.

Con temperaturas de incineración superiores a 750 °C hay riesgos de pérdidas debidas a la volatilización. Esta observación puede aplicarse también al método de las cenizas sulfúricas que ha dado resultados más bajos cuando se ha efectuado la incineración a una temperatura no controlada, utilizándose el gas como combustible.

Han de discutirse las varias causas de dispersión de los resultados antes de desarrollar un método rigurosamente precisado.

NAVELLIER (P.). — **Relatório do grupo de trabalho sob a determinação do teor em cinzas dos cafés crus.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 44-48, fig., tabl.

Uma mesma amostra de café cru foi repartida por uma cadeia de análise. Dezoito laboratórios responderam ao questionário que acompanhava a amostra, enviando 148 resultados numéricos e diversas observações.

Utilizou-se a incineração entre 525 e 650 °C, com diversas modificações, e o método das cinzas sulfúricas. Os resultados são bastante coerentes, mas nenhum dos modos operatórios deu verdadeiramente boa concordância.

Com temperaturas de incineração superiores a 750 °C corre-se o risco de ter perdas por volatilização. Esta observação é sem dúvida igualmente válida no caso do método das cinzas sulfúricas, que deu os resultados mais baixos, quando a incineração foi realizada com um bico de gás a temperatura não controlada.

As diversas causas de dispersão dos resultados deverão ser discutidas antes de se estabelecer um médoto preciso.



RECHERCHE DES CONDITIONS OPTIMALES POUR LA DÉTERMINATION DU TAUX DE CENDRES DU CAFÉ

P. NAVELLIER, R. BRUNIN, J. P. SARTRE
Laboratoire municipal de Paris

L'utilité de la détermination du taux de cendres du café a été exposée dans le rapport de la deuxième commission (1), pour justifier l'introduction de cette détermination dans les chaînes d'analyses. Nous ne reprendrons donc pas ici ces considérations.

De même, le rapport du groupe de travail sur les cendres de café (2) a mis en évidence la dispersion des résultats obtenus par différents opérateurs analysant le même café, et la nécessité de rechercher un mode opératoire suffisamment reproductible.

L'objet du présent travail est d'examiner l'influence de divers facteurs, notamment de la température d'incinération, sur la dispersion des résultats, en vue d'obtenir une meilleure reproductibilité. En effet, aucun mode opératoire ne peut prétendre donner une valeur **exacte** du taux de cendres, puisque les cendres ne préexistent pas dans l'échantillon, contrairement à ce qui se passe généralement en analyse : lorsque l'on veut doser un élément, par exemple l'azote ou le calcium, ou bien une molécule définie, par exemple la caféine, on peut vérifier l'exactitude des méthodes en analysant des prises d'essai renfermant des quantités connues des corps considérés. Dans le cas des cendres, au contraire, on ne dispose d'aucun témoin de référence. L'incinération provoque la formation de molécules dont la plupart n'existaient pas dans la substance examinée.

Lorsque l'on chauffe la prise d'essai, on assiste d'abord à l'**évaporation** de l'eau et des matières les plus volatiles, puis à une **décomposition** pyrogénée, avec émission de fumée, décomposition qui ressemble beaucoup à la torréfaction. Mais on poursuit le chauffage : le café cesse d'émettre des vapeurs odorantes, il noircit : c'est la **carbonisation**. Il brûle : c'est la **combustion** (qui a pu être amorcée par addition d'alcool ou d'huile). Quand tout le charbon a brûlé, il reste les cendres. L'ensemble de ces phénomènes constitue l'**incinération**. Les cendres représentent donc le résidu incombustible dans les conditions de l'essai. Elles renferment, en principe, les cations de la substance incinérée, combinés à des anions formés à partir d'éléments contenus dans cette substance : phosphore, soufre, silicium, chlore, etc..., et surtout carbone. Or, la nature des anions formés dépend à la fois de la composition de la substance initiale, de la température atteinte, de l'atmosphère ambiante (oxydante ou réductrice), et des interactions possibles entre les corps présents.

On peut observer, par exemple, l'enrobage de particules charbonneuses dans une gangue de sels fusibles, qui empêche la combustion de ce carbone. Dans ce cas de combustion incomplète, les cendres présentent une surcharge.

Lorsque le charbon a disparu, ou même avant s'il est protégé contre la combustion, de nouvelles réactions ont lieu : dissociation des bicarbonates, transformation des phosphates en pyrophosphates, décomposition des carbonates alcalino-terreux en oxydes et anhydride carbonique. Cette dernière réaction, c'est la **calcination** proprement dite ; ce mot peut couvrir l'ensemble des réactions qui ont lieu en milieu minéral après la disparition complète des résidus organiques, mais c'est à tort qu'on l'emploie souvent à la place du mot « incinération ».

Ces considérations montrent combien il est difficile de fixer une limite à partir de laquelle l'incinération peut être considérée comme accomplie. Le critère des « cendres blanches », souvent retenu, est illusoire, car bien des réactions de décomposition peuvent apparaître avant que l'on ne soit parvenu à brûler les derniers granules de charbon. En outre, les cendres de café sont normalement verdâtres, car elles renferment des manganites alcalins.

La notion de masse constante, après des passages successifs dans le four, est bien préférable. Mais l'expérience montre qu'elle est souvent décevante, car elle n'est obtenue qu'après de multiples pesées.

Nous avons donc été amenés à considérer l'incinération du café, pendant des temps différents, et à des températures différentes, de manière à observer les zones de stabilité ou d'instabilité de la masse des cendres et à rechercher les causes de cette instabilité.

VARIATIONS DE LA MASSE TOTALE DES CENDRES

Expérimentation

Une quantité suffisante d'un échantillon de café vert a été broyée, passée sans refus à travers un tamis d'ouverture de maille 0,315 mm, homogénéisée, et conservée en flacon bouché. La teneur en eau a été déterminée, afin de rapporter les résultats à la matière sèche.

Des prises d'essai d'environ 2 g, placées dans des capsules en platine de 70 mm de diamètre, ont été incinérées dans un four électrique tubulaire, à l'intérieur duquel un lent courant d'air assurait une atmosphère oxydante (four Chopin grand modèle). Ce four était réglé à la température requise pour chaque essai. Les prises d'essai avaient été mouillées avec de l'alcool éthylique ou de l'huile végétale exempte de cendres, et enflammées avant leur introduction dans le four.

Trois méthodes d'incinération ont été essayées :

a) **Cendres simples.** Placer la capsule renfermant la prise d'essai dans le four pendant le temps indiqué, puis refroidir dans un dessiccateur garni d'anhydride phosphorique, et peser la capsule couverte.

b) **Cendres mouillées** . Mouiller les cendres simples avec 2 cm^3 d'eau distillée. Agiter doucement la capsule d'un mouvement tournant pour dissoudre les substances solubles, puis l'incliner de manière à rassembler l'insoluble d'un côté. Basculer alors doucement la capsule pour rassembler la solution de l'autre côté, et la poser, ainsi penchée, sur un bain-marie bouillant. Après évaporation, porter la capsule 1 heure à 103° ± 2° C, pour chasser les dernières traces d'eau et éviter la décrépitation lors du chauffage au four. Introduire alors la capsule dans le four réglé à la même température que pour l'incinération simple. L'y maintenir 3 heures. Refroidir et peser comme ci-dessus.

c) **Cendres lessivées** . Dissoudre les cendres solubles par des affusions successives d'eau distillée chaude. Filtrer sur filtre sans cendres. Laver le filtre. Placer le filtre, contenant une partie de l'insoluble, dans la capsule contenant le reste de l'insoluble. Sécher à l'étuve. Brûler le filtre avec précaution, et porter la capsule dans le four réglé à la même température que pour l'incinération simple, jusqu'à disparition complète des particules charbonneuses. Verser alors dans la capsule la solution filtrée. Evaporer au bain-marie. Sécher à l'étuve à 103° ± 2° C. Incinérer 3 heures dans le four maintenu à la même température. Refroidir et peser comme ci-dessus.

Les températures d'incinération, contrôlées au pyromètre, ont été : 390° C, 520° C, 610° C, 720° C et 900° C. Les durées de l'incinération simple ont été 1, 2, 4 et 6 heures. Le temps d'incinération complémentaire pour les cendres mouillées ou lessivées s'ajoute à ces temps.

Résultats

Chacun des résultats considérés ici représente la moyenne de quatre essais.

Nous avons adopté la figuration graphique suivante : pour chaque température, nous avons tracé la courbe de variation du taux cendres, en plaçant en ordonnées les masses de cendres, en grammes pour 100 grammes de café vert supposé sec, et en abcisses les durées d'incinération.

Puis nous avons rassemblé ces graphiques sur une même feuille, en les décalant vers le bas et vers la gauche d'une distance proportionnelle aux différences de température des essais.

Enfin, nous avons représenté en pointillé les courbes indiquant les variations de masse des cendres, pour une même durée d'incinération, mais à des températures différentes.

L'examen de ces graphiques suggère les commentaires suivants :

a) **Cendres simples** (graph. 1).

La combinaison des courbes évoque une surface au relief mouvementé, inclinée de gauche à droite et surtout d'arrière en avant. Entre 390° C et 520° C, les taux de cendres élevés correspondent à des incinérations incomplètes, confirmées par la présence de résidus charbonneux.

Entre 520° C et 610° C, une paroi abrupte indique la combustion de ce charbon et sans doute l'existence de quelques autres réactions provoquant des pertes de masse. Aucune zone de stabilité n'apparaît, et l'on conçoit que les taux de cendres obtenus entre ces limites de temps et de température soient peu reproductibles.

Entre 610° C et 720° C, les courbes en fonction du temps deviennent sensiblement parallèles à la ligne de base, surtout entre 4 et 6 heures de chauffage. Il est remarquable d'observer qu'entre ces limites les variations de masse en fonction de la température sont également faibles, et le quadrilatère compris entre ces quatre parties de courbes correspond à une zone de stabilité du taux de cendres.

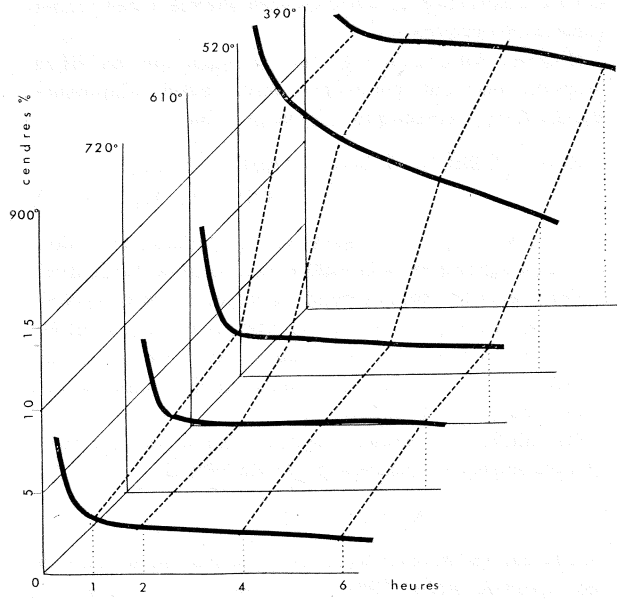
Au-delà de 720° C, la surface s'infléchit de nouveau vers l'avant, ce qui révèle l'apparition de nouvelles réactions de décomposition avec volatilisation partielle des cendres.

b) **Cendres mouillées** (graph. 2)

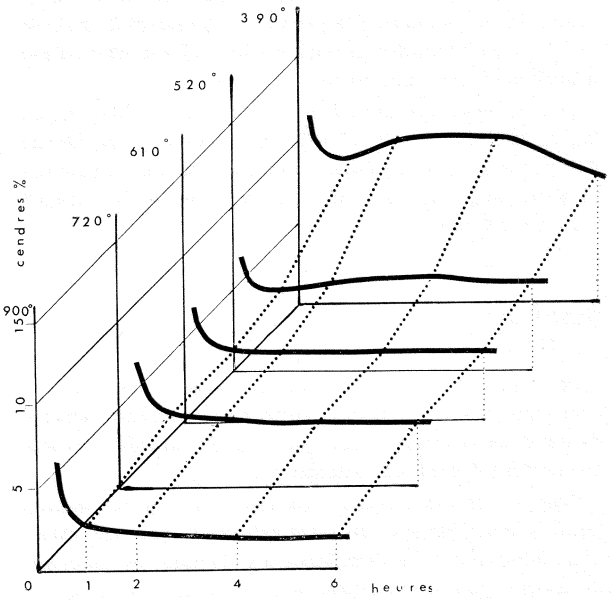
A 390° C, la combustion du charbon demeure imparfaite. A partir de 520° C, les courbes en fonction du temps deviennent sensiblement horizontales au-delà de 2 heures, mais il faut remarquer que l'incinération complémentaire de 3 heures, après mouillage, n'est pas figurée ici.

Variations de masse des cendres du café en fonction de la température et de la durée de l'incinération

traits pleins : *cendres p. 100, en fonction de la durée, aux températures indiquées*
traits pointillés : *cendres p. 100, en fonction de la température aux durées indiquées*



Graph. 1. — Cendres simples



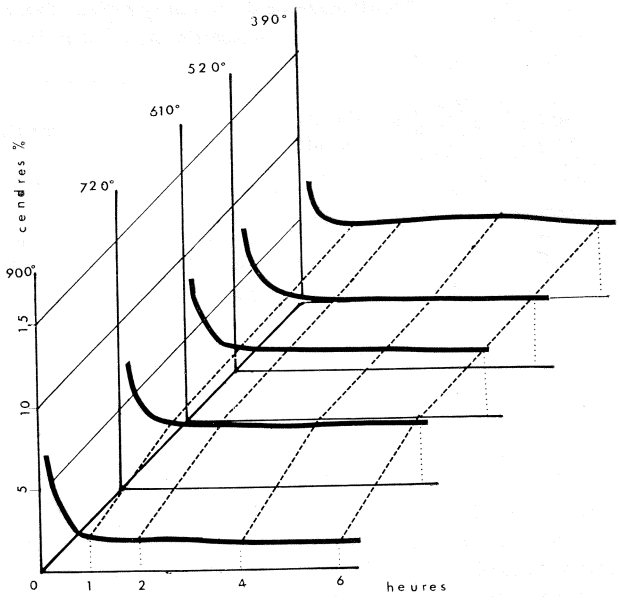
Graph. 2. — Cendres mouillées

On observe toutefois une déclivité vers l'avant de la surface évoquée par les courbes, la zone de stabilité optimale se situant ici entre 2 heures et 6 heures d'incinération, mais encore pour les températures comprises entre 610° C et 720° C.

c) **Cendres lessivées avec recalcination de l'insoluble** (graph. 3).

Ici, l'influence du temps initial ne compte plus guère (il y a toujours 3 heures de recalcination complémentaire). On observe toutefois deux zones de déclivité vers l'avant : entre 390° C et 520° C, et entre 720° C et 900° C. La zone de stabilité privilégiée s'étend ici entre 520° C et 720° C.

Ces divers essais ont donc montré l'existence de deux zones principales d'instabilité du taux de cendres, en fonction de la température : l'une aux températures relativement basses, entre 390 et 520 ou 610° C, et l'autre au-delà de 720° C. La combustion progressive des résidus charbonneux n'apporte pas une explication suffisante de ces phénomènes. Nous en avons donc recherché ailleurs l'origine.



Graph. 3. — Cendres lessivées

VARIATIONS DE LA COMPOSITION DES CENDRES

Expérimentation

De nouvelles prises d'essai de café vert ont été incinérées pendant 6 heures aux températures suivantes : 580° C, 650° C, 900° C. En outre, au-delà de l'incinération, la calcination a été poursuivie pendant 21 heures à 900° C, pour confirmer l'orientation et l'importance des transformations observées.

Les dosages suivants ont été effectués : SiO_2, CaO, MgO, Mn, SO_3, P_2O_5, Na_2O. En adoptant ce mode d'expression des résultats, l'indosé peut être raisonnablement exprimé en CO_2, en négligeant les traces d'autres éléments.

Résultats

Pour faciliter l'interprétation de cet essai, les résultats sont exprimés, non pas par rapport à la quantité variable de cendres analysées, mais par rapport au café vert mis en œuvre (cf. tableau ci-dessous).

Compte tenu des écarts expérimentaux et des faibles teneurs considérées, on peut admettre que les variations concernant les composés du silicium, du calcium, du magnésium, du manganèse et du soufre ne modifient pas sensiblement le taux de cendres.

En revanche, au cours des essais successifs, les teneurs en anhydride phosphorique diminuent nettement, et la cause essentielle des pertes de masse est imputable à la volatilisation de l'anhydride carbonique et des métaux alcalins (potassium et sodium).

Il est alors intéressant d'examiner le comportement des bicarbonates et carbonates alcalins, notamment ceux du potassium, lorsqu'ils sont soumis à des températures croissantes.

D'après TSUCHIYA (3), les réactions qui se développent donnent successivement, avec élimination d'anhydride carbonique, les corps suivants :

$$KHCO_3 \rightarrow 5\,KHCO_3, K_2CO_3 \rightarrow 2\,KHCO_3, K_2CO_3 \rightarrow KHCO_3, K_2CO_3 \rightarrow K_2CO_3$$

On conçoit que ces réactions provoquent une diminution progressive de la masse des cendres. Cette diminution, dans le cas des cendres simples, peut devenir sensible avant que les résidus charbonneux n'aient été totalement brûlés. A ces phénomènes correspond l'inclinaison des courbes d'incinération de notre échantillon, entre 390° C et 520° C.

Par ailleurs, la tension de dissociation du carbonate de potassium est notable à partir de 790° C.

$$K_2CO_3 \rightleftarrows K_2O + CO_2$$

Ce fait est en accord avec la nouvelle inclinaison de nos courbes entre 720° C et 900° C, et avec les pertes de masse considérables observées lorsque l'on prolonge, de 6 h à 21 h, le chauffage des cendres à 900° C.

Modifications de la composition des cendres du café au cours de la calcination
(Résultats en g pour 100 g de café vert supposé sec)

Température	Durée de chauffage	Cendres totales	SiO_2	Ca O	Mg O	Mn	SO_3	P_2O_5	K_2O	Na_2O	Indosé (CO_2 et traces diverses)
580° C	6 h	5,09	0,008	0,18	0,37	0,001 6	0,039	0,62	2,55	0,036	1,28
650° C	6 h	4,17	0,003	0,20	0,30	0,001 4	essai nul	0,52	2,13	0,014	0,96
900° C	6 h	2,64	0,004	0,14	0,34	0,001 5	0,036	0,41	1,31	traces	0,4
900° C	21 h	1,68	0,009	0,14	0,31	0,001 6	0,032	0,39	0,66	traces	0,14

CONCLUSION

Aucune zone de stabilité vraiment satisfaisante du taux de cendres du café n'a été trouvée, mais les zones les plus favorables ont été mises en évidence. Cependant, pour rendre ces données utilisables, il est nécessaire de préciser à la fois la température d'incinération et les modalités opératoires.

Les températures relativement basses, par exemple celle de 525° C préconisée par l'A.O.A.C. (4), ont l'avantage de fournir la valeur maximale du taux de cendres, dès que la matière organique a disparu. La combustion irrégulière des résidus charbonneux, accompagnée de la dissociation progressive des bicarbonates,

nécessite toutefois d'éviter le chauffage excessif des sels alcalins solubles, en adoptant une technique appropriée. Les méthodes comportant le lessivage des cendres sont recommandables malgré les complications qu'elles imposent. Une méthode comportant un simple mouillage des cendres, avec des tours de main appropriés, peut cependant leur être éventuellement substituée.

Mais si l'on désire conserver la commodité de la technique des cendres simples, la zone de températures comprise entre 610° et 720° C s'est révélée particulièrement favorable : les résidus charbonneux sont alors brûlés, la dissociation du bicarbonate de potassium est pratiquement achevée, et celle du carbonate est à peine ébauchée. C'est pourquoi nous avions proposé, parmi les différentes méthodes essayées de la chaîne d'analyses sur les cendres de café (2), l'incinération simple à la température de 650° C. Les résultats obtenus n'ont pas été aussi cohérents que l'on pouvait l'espérer. Il faut toutefois observer que les modes opératoires suivis par les divers participants ont été quelque peu différents. Certains écarts sont probablement imputables à la détermination de la matière sèche initiale, ou à l'hygroscopicité des cendres, plutôt qu'à l'incinération proprement dite.

Par ailleurs, tous ces essais ont été effectués sur un même échantillon de café Robusta. Il est concevable que d'autres échantillons de cafés de même espèce, ou, *a fortiori*, d'autres espèces, ne présenteraient pas la même répartition des éléments minéraux, et se comporteraient différemment à l'incinération.

Remerciements

Nous adressons nos vifs remerciements à nos collègues du Laboratoire municipal, Mademoiselle Thiellement et Madame Magdelonette, qui ont effectué les analyses minérales des cendres.

BIBLIOGRAPHIE

1. Rapport de la 2e Commission (méthodes d'analyses). Second Colloque International sur la chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris,3-7 mai 1965. IFCC (Paris), 1966, p. 22-23.
2. Rapport du groupe de travail « Cendres ». Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. IFCC (Paris), 1966, p. 44-48.
3. TSUCHIYA, *J. Chem. Soc. Japan*, **74,** 97, 1953, d'après PASCAL, nouveau traité de Chimie Minérale (Masson, Paris).
4. Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists (A.O.A.C.), 1960.

NAVELLIER (P.), BRUNIN (R.), SARTRE (J. P.). — **Recherche des conditions optimales pour la détermination du taux de cendres du café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 49-54 fig., Tabl. réf.

Des essais d'incinération ont été effectués sur du café vert, en vue d'étudier la dispersion des résultats.
Nous avons notamment examiné l'influence :

1° du mode de combustion de la matière organique,
2° de la température d'incinération,
3° de la durée du chauffage.

Les zones optimales de reproductibilité des résultats ont été recherchées. Pour l'échantillon examiné, elles se situent entre 520 et 700 °C. La température de 600 à 650 °C paraît donc favorable.

NAVELLIER (P.), BRUNIN (R.), SARTRE (J. P.). — **A study of the ideal conditions for determining the ash content of coffee.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris) 1966, p. 49-54, fig. Tabl., réf.

Incineration trials have been carried out with green coffee, in order to study the dispersion of the results.
We have studied in particular the effect of :

1° The method of burning the organic matter,
2° The temperature of incineration,
3° The duration of the heating.

The areas where the results are the most easily reproduced have been sought. In the present sample, they are located between 520 and 700 °C. A temperature of 600 or 650 °C seems therefore to be convenient.

NAVELLIER (P.), BRUNIN (R.), SARTRE (J. P.). — **Untersuchung über die Optimalbedingungen für die Bestimmung des Aschegehalts beim Kaffee.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 49-54, fig. tabl., réf.

Einäscherungsversuche zwecks Untersuchung der Dispersion der Ergebnisse wurden mit Rohkaffee durchgeführt.
Dabei wurde der Einfluss

1° der Verbrennungsart der organischen Materie,
2° der Einäscherungstemperatur,
3° der Heizungsdauer

festgestellt.

Die günstigsten Zonen für die Wiederholbarkeit der Ergebnisse wurden ermittelt. Für die untersuchte Probe lagen sie zwischen 520 und 700 °C. Eine Temperatur von 600 bis 650 °C scheint demnach günstig.

NAVELLIER (P.), BRUNIN (R.), SARTRE (J. P.). — **Investigación de las condiciones óptimas para determinar el contenido de cenizas del café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 49-54, fig. Tabl., ref.

Se efectuaron ensayos de incineración del café verde para estudiar la dispersión de los resultados obtenidos.

Se examinaron principalmente la influencia :
1° del modo de combustión de la materia orgánica,
2° de la temperatura de incineración,
3° de la duración de la calefacción.

Se investigaron las zonas óptimas de reproductibilidad de los resultados. Para la muestra examinada éstas se hallan entre 520 °C y 700 °C. La temperatura de 600 °C o 650 °C parece, pues, favorable.

NAVELLIER (P.), BRUNIN (R.), SARTRE (J. P.). — **Pesquisa das condições óptimas para a determinação do teor em cinzas do café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 49-54, fig., Tabl., ref.

Ensaios de incineração foram efectuados com café cru com o fim de estudar a dispersão dos resultados :
Examinou-se especialmente a influência :

1° do modo de combustão da matéria orgânica,
2° da temperatura de incineração,
3° da duração do aquecimento.

Procuraram-se as zonas óptimas de reprodutibilidade dos resultados, que na amostra examinada se situa entre 520 e 700 °C. A temperatura entre 600 e 650 °C parece portanto ser favorável.

CONSIDÉRATIONS SUR LA DÉTERMINATION DE L'EXTRAIT AQUEUX DU CAFÉ TORRÉFIÉ

R. WILBAUX et D. HAHN
Institut Français du Café et du Cacao, Paris

Le but de cette étude était d'établir la teneur en extrait aqueux de divers cafés d'origine africaine surtout.

Le nombre de méthodes de dosage entre lesquelles il nous fallait choisir était élevé.

La méthode AOAC (1) n'a pas été retenue, car elle est basée sur une macération à 20 °C ; elle s'éloigne donc trop des conditions pratiques de préparation de la boisson et surtout des hydrolats destinés à la fabrication des poudres de café soluble.

NAVELLIER et coll. (2) ont essayé diverses méthodes, notamment une digestion d'une durée de 6 heures à 80 °C qui leur a donné les résultats les plus reproductibles, et qu'ils proposent comme méthode de référence.

TAUFEL (3) utilise une méthode avec ébullition de 5 minutes alors que JACOBER et STAUB (4) opèrent d'une façon identique, mais avec un poids plus élevé de café pour un même volume de liquide. Ces derniers utilisent également une méthode où la durée d'ébullition est de 1 heure.

Nous avons aussi essayé une méthode d'extraction continue, mais l'avons abandonnée, car pour obtenir des résultats cohérents, il fallait opérer deux extractions au moins.

NAVELLIER et BRUNIN (5) ont montré l'influence du taux de torréfaction sur la teneur en extrait et autres constituants, mais les variations ne sont pas très fortes lorsque les taux de brûlage varient relativement peu. JACOBER et STAUB (4) ont mis en lumière l'importance de la finesse de mouture et ont trouvé des teneurs variant de 16,3 à 27,2 % pour un même café. Le Tropical Products Institute a montré également l'influence du degré de torréfaction et de la finesse de mouture (6).

Il serait donc important de normaliser le taux de torréfaction, la finesse de mouture et la méthode analytique afin de pouvoir comparer valablement les résultats qu'on trouve dans la littérature.

R. WILBAUX.

* * *

Nous avons avant tout exécuté quelques essais de reproductibilité sur un Robusta grade 1 de Côte d'Ivoire à 12,5 % d'eau, torréfié au laboratoire à 200-220 °C avec une perte de poids brute de 17 % ; la perte de matière sèche sur café vert théoriquement sec était de 6,75 %. La mouture nous donnait une poudre dont la granulométrie était environ celle d'une poudre commerciale :

Refus sur tamis	0,80	mm	d'ouverture	.....	14 %
— —	0,50	mm	—	.....	70 %
— —	0,315	mm	—	.....	94 %
— —	0,25	mm	—	.....	98 %



MÉTHODES

Les méthodes analytiques expérimentées furent :

Méthode n° 1 : extraction dite « normale » selon JACOBER et STAUB (4) légèrement modifiée : 10 g dans 200 cm³ avec ébullition de 5 minutes.

Méthode n° 2 : extraction prolongée selon JACOBER et STAUB (4) : 10 g dans 200 cm³ avec ébullition d'une heure, puis mise au volume de 500 cm³.

Méthode n° 3 : digestion à 80°C selon NAVELLIER et coll. (2) (2 g dans 200 cm³).

Méthode n° 4 : digestion à 133 °C afin de se rapprocher des conditions industrielles de préparation des hydrolats : 10 g de café dans 150 cm³ d'eau portés à l'autoclave à chauffage électrique dont le régime est :

20 minutes pour passer de 20 à 100° C
60 minutes pour passer de 100 à 133 °C
15 minutes à 133 °C
30 minutes de période de compression.

Après refroidissement, on porte à 200 cm³, on filtre et on prélève 50 cm³ pour évaporer à sec.

Le tableau n° 1 donne les résultats analytiques sur la matière sèche :

TABLEAU N° 1

Teneur en extrait en %

Résultats i	Méthodes			
	N° 1	N° 2	N° 3	N° 4
1	29,09	31,33	31,50	33,39
2	29,29	31,63	31,01	33,28
3	29,21	31,79	30,84	33,33
4	29,46	31,59	31,01	33,69
5	29,33	31,23	30,40	33,69
6	29,01	31,33	30,52	33,90
7	28,97	31,67	31,05	34,30
8	29,33	31,67	30,80	34,34
9	29,09	30,70	30,84	34,22
Moyenne $\bar{x}_i$	29,197	31,437	30,885	33,793
Valeur relative de la teneur trouvée	100,00	107,67	105,78	115,74
Coefficient de variation 100 $\sigma_i/\bar{x}_i$.	0,573	1,064	1,032	1,248
Intervalle de confiance d'un résultat isolé (P = 0,05)	± 0,385	± 0,773	± 0,745	± 0,969

TABLEAU N° 2

pH des liqueurs et acidité 0,1 N rapportés à un gramme de poudre de café torréfié

Résultats i	Méthode N° 1		Méthode N° 2		Méthode N° 3		Méthode N° 4	
	pH	Acidité	pH	Acidité	pH	Acidité	pH	Acidité
1	5,55	2,46	5,40	3,20	5,15	3,15	4,90	3,84
2	5,55	2,48	5,40	3,20	5,15	3,15	4,95	3,82
3	5,55	2,46	5,40	3,20	5,15	3,15	4,95	3,80
4	5,55	2,48	5,40	3,22	5,15	3,15	5,35	3,17
5	5,60	2,50	5,40	3,25	5,15	3,15	5,40	3,13
6	5,60	2,46	5,40	3,25	5,15	3,05	5,40	3,15
7	5,55	2,46	5,30	3,26	5,25	3,16	5,10	3,74
8	5,55	2,46	5,35	3,23	5,25	3,16	5,00	3,76
9	5,55	2,46	5,35	3,23	5,25	3,16	4,90	3,78
Moyenne $\bar{x}_i$	5,56	2,469	5,38	3,227	5,18	3,142	5,11	3,575
Ecart type σ_i	0,022	0,015	0,036	0,023	0,050	0,033	0,069	0,322
Coeff. de variation, %	0,40	0,607	0,68	0,72	0,97	1,06	1,35	0,901
Intervalle de confiance (P = 0,05) d'un résultat isolé	± 0,051	± 0,033	± 0,083	± 0,054	± 0,115	± 0,077	± 0,159	± 0,742

L'examen statistique des résultats selon le test unilatéral de HARTLEY montre que les différences entre les méthodes sont hautement significatives et qu'il en est de même si on les compare deux à deux.

Nous avons en outre mesuré le pH et l'acidité titrable à pH = 9 des liqueurs obtenues après filtration.

Le tableau n° 2 reproduit les résultats obtenus ; l'augmentation d'acidité a la même allure que l'augmentation de la teneur en extrait due à l'hydrolyse d'autant plus profonde que la méthode est plus brutale et de plus longue durée.

Ces chiffres montrent que la méthode n° 1 donne ici encore les résultats les plus reproductibles ; la méthode n° 4 donne des variations trop élevées pour les résultats isolés. Remarquons que si on fixe à pH = 7 le seuil de fin de titration, la reproductibilité des résultats diminue, surtout avec la méthode n° 4. Comme le montrent les tableaux n° 1 et 2, la reproductibilité est toujours bonne (les analyses ont été effectuées par groupes de trois).

* * *

Nous avons examiné ensuite vingt échantillons de divers cafés, soit huit Robusta, six Arabica, quatre Abeokutae (Indénié et Assikasso) et deux Excelsa. Tous furent torréfiés à 200-220 °C pendant 20 minutes environ ; leur couleur après grillage était uniforme, mais le rendement net sur café vert sec varie cependant de 91 à 96 %, et est très généralement de l'ordre de 94 %.

La mouture fut pratiquée de la même façon et le contrôle de la granulométrie montre :

Refus sur tamis	0,80	mm	8,0 à 12,6 %
— —	0,50	mm	50,0 à 58,0 %
— —	0,315	mm	75,2 à 82,6 %
— —	0,25	mm	84,0 à 89,6 %
— —	0,20	mm	94,8 à 98,6 %
— —	0,16	mm	98,3 à 99,6 %

Sans être parfaite, cette mouture est assez homogène ; les Excelsa se montrent les moins friables.

COMPARAISON DES MÉTHODES ENTRE ELLES

Tous les dosages ayant été effectués en double, on constate dans chaque cas, que les résultats isolés sont très voisins.

En prenant la méthode 3 comme méthode de référence on voit :

1° Que la méthode n° 1 donne des résultats équivalant en moyenne à 91,59 % avec comme extrêmes 88,79 % et 94,06 %.

2° Que la méthode n° 2 donne des résultats équivalant en moyenne à 103,96 % avec comme extrêmes 97,54 et 113,89 %.

3° Que la méthode n° 4 donne des résultats équivalant en moyenne à 112,72 % avec comme extrêmes 105,53 et 121,80 %.

Nous n'avons pas encore effectué l'interprétation statistique de ces résultats, car nous comptons opérer sur un bien plus grand nombre d'échantillons avant de conclure. Mais on voit déjà que les méthodes 1 et 3 sont en excellente concordance et que la méthode n° 3 (digestion à 80 °C) donne des résultats plus élevés de 9,2 % environ que ceux de la méthode n° 1.

La variabilité de la méthode n° 4 à l'autoclave est la plus forte et ces dosages confirment les résultats des essais de reproductibilité.

COMPARAISON DES RÉSULTATS OBTENUS POUR LES DIVERSES ESPÈCES DE CAFÉ

Nous examinerons les résultats obtenus en utilisant la méthode n° 3 comme référence.

Cafés Robusta : 26,54 – 25,26 – 30,12 – 29,94 – 29,44 – 29,23 – 28,15 – 30,50.

Moyenne : **28,65**

Cafés Arabica : 24,25 – 23,67 – 25,98 – 27,06 – 27,65 – 28,45.

Moyenne : **26,18**

Cafés Abeokutae : 28,96 – 28,00 – 29,26 – 30,00.

Moyenne : **29,05**

Cafés Excelsa : 24,76 – 26,43.

Moyenne : **25,59**

Nous ne conclurons pas, car le nombre de cafés examinés est bien trop faible. KROPLIEN (7) a déterminé l'extrait sur trente-six Arabica et sept Robusta d'origines diverses, en utilisant la méthode de TAUFEL (3) :

Café Arabica : 25,8 à 35,2 % – Moyenne 31,29 %

Café Robusta : 27,0 à 32,4 % – Moyenne 30,77 %

DE TOLEDO et coll. (8) estiment que la teneur en extrait est un facteur génétique dont on pourrait d'ailleurs tenir compte en sélection ; ils étudièrent en effet des variétés et lignées d'Arabica de Campinas (Brésil) et trouvèrent de 26,14 à 30,47 % ; ils constatèrent en outre que la préparation par voie sèche conduisait à une richesse en extrait plus grande que celle par voie humide.

Aptitude à l'hydrolyse

Elle sera évaluée en comparant l'augmentation de l'extrait en utilisant la méthode n° 4 à 133 °C et en prenant comme référence la méthode n° 3 (80° C).

On obtient en moyenne des augmentations de teneur de :

Café Robusta : 12,75 % (extrêmes 6,16 et 21,42 %)

Café Arabica : 12,52 % (extrêmes 7,66 et 21,80 %)

Café Aebeokutae : 11,09 % (extrêmes 5,53 et 17,95 %)

Café Excelsa (2 éch.) : 15,97 % (extrêmes 14,05 et 17,90 %).

Si on ne peut conclure à une aptitude à l'hydrolyse différente pour les diverses espèces, on remarque cependant que dans une même espèce, certains cafés semblent plus ou moins sensibles à l'action des hautes températures, mais la méthode à 133 °C donne des résultats assez incertains, ce qui enlève de la valeur à cette constatation.

CONCLUSIONS

1° **Les essais de reproductibilité de quatre méthodes expérimentées ont montré** :

a) Que la méthode avec ébullition de 5 minutes était statistiquement la plus valable, suivie de la méthode de digestion (6 heures à 80 °C). NAVELLIER et coll. (2) étaient arrivés à la conclusion que la méthode par digestion était la meilleure, quoique les résultats qu'ils obtinrent par décoction soient, semble-t-il, bons ; mais leur mode opératoire diffère de celui de JACOBER et STAUB, de celui de TAUFEL ainsi que du nôtre (5 minutes à ébullition).

b) Que la méthode d'extraction prolongée (ébullition de 1 heure) est légèrement moins reproductible ; et que la méthode à l'autoclave (133 °C), telle que nous l'avons pratiquée, donne bien des résultats plus élevés que les autres, mais sa reproductibilité est moins bonne encore.

c) Que l'augmentation de l'acidité est en relation avec l'augmentation de la teneur en extrait du fait de l'hydrolyse provoquée par des méthodes plus brutales où interviennent la durée de l'opération et la température.

2° **L'examen de vingt échantillons par les quatre méthodes montre** :

a) Une bonne concordance entre la méthode avec ébullition de 5 minutes et la méthode de digestion à 80 °C. Celle-ci donne des résultats plus élevés de l'ordre de 9 %.

b) La variabilité des méthodes par extraction prolongée ou à l'autoclave est plus forte. Par rapport à la méthode par digestion à 80 °C, elles donnent des résultats supérieurs d'environ 4 % et 13 % respectivement.

c) Le petit nombre d'échantillons examinés ne permet pas de conclure qu'une espèce de café donne systématiquement des extraits plus abondants, bien que les moyennes soient respectivement pour les cafés Robusta, Arabica, Abeokutae et Excelsa, de 28,65, 26,18, 29,05, 25,59 (méthode par digestion à 80 °C).

d) On ne peut conclure qu'une espèce déterminée ait une aptitude à l'hydrolyse différente de celle des autres, sous l'influence des hautes températures.

3° **Il nous paraît indispensable de mettre à l'étude quelques techniques de dosage de l'extrait aqueux** afin d'arriver à adopter une ou plusieurs méthodes de référence, comportant entre autre une standardisation de la mouture (dont l'influence sur le résultat est importante) et du mode opératoire.

La méthode de digestion à 80 °C pendant 6 heures semble bonne, mais la méthode par décoction avec ébullition de 5 minutes a donné une reproductibilité extrêmement satisfaisante et en outre elle se caractérise par sa grande simplicité et rapidité d'exécution.

On arriverait ainsi à pouvoir comparer les chiffres de la littérature qui actuellement sont souvent obtenus par des méthodes pouvant donner des résultats divergents. La question est également très importante du point de vue normalisation et répression des fraudes.

BIBLIOGRAPHIE

1. Official Methods of Analysis of the A. O. A. C. 7e Ed., Washington (1950), p. 221.
2. P. NAVELLIER, R. BRUNIN, F. CHASSEVENT et A. ISAAC. *Ann. Fals. Exper. Chim.*, 618, pp. 326-336 (1960).
3. K. TAUFEL. Handbuch der Lebensmittel Chemie. Vol. II, p. 32.
4. P. JACOBER et M. STAUB. *Kaffee u. Tee Markt*, XIII/13, p. 6 (1963).
5. P. NAVELLIER et R. BRUNIN. *Café, Cacao, Thé*, VI, 1, pp. 47-54 (1962).
6. Tropical Products Institute. Report 12 (1963), in *Kaffee u. Tee Markt* XIV/11, pp. 8-9 (1964).
7. V. KROPLIEN. *In* Green and Roasted Coffee Tests. Ed. Gordian, Hambourg (1963), p. 11 et p. 168.
8. O. Z. DE TOLEDO, C. G. TEIXEIRA et R. S. GARRUTI. *Bol. da Superintend. dos Serv. do Café*, XXXVI, 414 et 415, pp. 8-10 et pp. 4-8 (1961).

DISCUSSION

M. SMITH : I suggest that the method to be used for the determination of soluble extract content in coffee will depend on the purpose for which it is required, viz. A. O. A. C. method at 20 °C for determination of the composition of coffee samples, at 100 °C for the determination of the composition of domestic beverages, and at higher temperatures, under pressure in autoclaves for determination of available extract for instant coffee manufacture. All samples should be ground so as to pass sieve with 30 apertures per inch.

— M. WILBAUX : Je ne pense pas que l'emploi pur et simple de la méthode A. O. A. C. soit, dans le cas du café torréfié, satisfaisant. Il faudrait voir, par comparaison à une méthode d'ébullition à 5 minutes, ou à une méthode de digestion de 6 h à 80°, comme celle que M. NAVELLIER avait proposée comme méthode de référence, si ces écarts sont stables, car s'ils ne le sont pas, il est certain qu'une méthode qui se rapproche de la pratique courante sera plus près de la réalité qu'une méthode purement conventionnelle qui, à basse température, dose quelque chose qui, dans la pratique, ne se trouve pour ainsi dire jamais.

Il est exact que la température est un facteur d'hydrolyse, d'augmentation des résultats.

Ensuite, étant donné l'influence de la finesse de mouture, ce facteur doit également être standardisé. Ceci sera d'ailleurs le plus difficile. Mais lorsque l'on se trouve en face d'un échantillon commercial moulu plus fin, il est très difficile de le reconstituer. D'autre part, le comportement des grains de café dans un moulin est très différent suivant l'origine variétale.

M. BAIÃO ESTEVES : Avez-vous tenu compte du degré de torréfaction dans l'étude de l'extrait aqueux ?

— M. WILBAUX : Le degré de torréfaction est un point très important et nous nous sommes efforcés au cours de nos essais d'obtenir pour les 20 échantillons une torréfaction homogène ; elle est très généralement de l'ordre de 94 % (6 % de perte de poids par rapport à 100 de café vert théoriquement sec).

Au point de vue répression des fraudes, le problème ne se pose plus : l'extrait ne peut être déterminé que sur le café tel que reçu, ce serait une vue de l'esprit que de croire que l'on pourrait le re-torréfier pour arriver à un certain stade, et surtout on ne saurait pas revenir en arrière.

Tant que la torréfaction et surtout la mouture n'auront pas été standardisées, et le mode opératoire établi, il sera difficile de comprendre les résultats donnés par certains laboratoires.

M. STREULI : Among the methods for the determination of water soluble extract, there are two groups, based upon two different principles : one, preparing an extract under kitchen-like conditions, not necessarily obtaining the total amount of soluble substances ; the other, recuperating as much of the total soluble substances as possible, e. g. by a second, or even more, extraction of the first extraction residue. As the chairman has already stressed : it depends on the purpose of the determination which method you prefer. For example, to detect an adulteration of ground roasted coffee with spent grounds, the first type of method is quite suitable, whether the extract be prepared at 100 °C, at 80 °C, or, as in the A. O. A. C. method, at room temperature. However, if we are interested in the total possible yield of extractible substances, for example, in instant coffee production, the first type of method will give figures which are too low. (We probably all agree that the solubles adsorbed by the residue are still coffee solubles.). It seems advisable to look for two different methods : one with an incomplete but highly reproducible extraction yield as in the first case, and another, giving a closer estimate of the total soluble substances.

— M. WILBAUX : En effet, si on utilise une méthode à froid, on dose les matières solubles sans l'intervention de la moindre hydrolyse ; si on emploie une méthode à l'autoclave, on provoque des hydrolyses plus profondes encore. Si on prolonge l'ébullition, selon l'extraction prolongée de JAKOBER et STAUB, nous voyons la valeur statistique des

résultats diminuer, ce qui indique que, d'une part, il y a variation de l'hydrolyse et, d'autre part, des variations dues à la rétention de substances solubles par le marc. Il est certain que lors de l'opération sous haute pression, le phénomène s'aggrave, et il apparaît que statistiquement la reproductibilité est encore moins bonne. Je ne vois personnellement aucun inconvénient à utiliser une méthode à 20 °, si elle me renseigne sur ce qui se passera avec une méthode telle que celle de JAKOBER et STAUB, 5 minutes à l'ébullition (ou celle de TAUFEL), ou une méthode se rapprochant de l'extraction industrielle. Nous devrions établir les coefficients d'augmentation des résultats entre ces méthodes et celle à 20 ° qui peut satisfaire ceux qui cherchent les corps uniquement solubles dans l'eau, à l'exclusion de toute hydrolyse, puis les rapprocher de méthodes plus pratiques, soit de préparation familiale du café boisson, soit de préparation industrielle du café. Nous aurions là des variations entre les résultats, c'est-à-dire entre la puissance de cette hydrolyse et les effets de cette hydrolyse, au moins aussi élevées que celles que nous avons obtenues par une même méthode comparée à la méthode de référence.

Quand nous avons fait l'examen de 20 cafés, qu'avons-nous vu ? Que l'amplitude des écarts augmente avec la brutalité de l'hydrolyse. C'est la méthode avec une ébullition de 5 minutes, qui est en fait une hydrolyse relativement faible, qui donnait proportionnellement les écarts les plus faibles. Il se pourrait que nous ne puissions pas mieux raccorder une méthode à 20 ° avec une méthode pratique à cause de ces écarts et de la variation de ces écarts. Il n'y a qu'une chose à faire : l'étudier. J'avais dit en conclusion qu'il fallait étudier une ou plusieurs méthodes de référence de façon qu'on se comprenne et que certains chiffres d'extraits ne paraissent pas choquants.

M. NAVELLIER : Je voudrais d'abord dire à M. WILBAUX que je suis entièrement d'accord avec lui, même quand il critique le travail que nous avons fait au laboratoire municipal, car nous savons parfaitement que les légères variations d'un mode opératoire peuvent modifier les résultats ; je n'ai rien contre la méthode à 5 minutes qu'il propose, qui est certainement beaucoup plus expéditive que celle que nous avions expérimentée, et je me rallie à sa proposition.

Je voudrais dire ensuite à M. STREULI que je ne pense pas qu'il soit possible de concevoir la totalité des substances solubles. Il n'existe pas de limite entre le soluble et l'insoluble : si nous mélangeons du sucre et du sable nous pourrons séparer le soluble de l'insoluble, mais si nous extrayons du café par l'eau, nous avons toute une série de réactions de solubilisation progressive qui se développent. Je ne suis pas d'accord avec M. WILBAUX lorsqu'il dit qu'à 20 ° il n'y a pas d'hydrolyse : il y a beaucoup moins d'hydrolyse qu'à 80 °. Nous avons, dans mon laboratoire, confirmé les observations du Pr THALER en ce qui concerne la fixation par adsorption sur les marcs d'une partie des substances qui avaient déjà été mises en solution, mais ceci n'empêche pas que si dans un appareil expérimental nous épuisons une poudre de café par de l'eau froide ou chaude, pendant des heures ou des jours, et que nous traçons la courbe de cet épuisement, nous n'arriverons pas à zéro ; nous obtenons des valeurs qui diminuent, qui par moments remontent et diminuent ensuite. Tout se passe comme si des actions successives de solubilisation se produisaient.

Il paraît donc totalement illusoire de rechercher une méthode conventionnelle donnant la totalité des substances solubles du café, mais il paraît indispensable (et là je suis tout à fait d'accord avec ceux qui ont pris la parole tout à l'heure) de fixer une méthode de référence rigoureuse qui pourra donner des résultats reproductibles. Faudra-t-il une seule méthode ? Faudra-t-il plusieurs méthodes ? Ce devra être l'objet de discussions. Nous pourrions envisager de constituer un groupe de travail axé sur cette étude.

WILBAUX (R.), HAHN (D.). — **Considérations sur la détermination de l'extrait aqueux du café torréfié.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 55-63, tabl., ref.

1° Les essais de reproductibilité de quatre méthodes expérimentées ont montré :

a) Que la méthode avec ébullition de 5 minutes était statistiquement la plus valable, suivie de la méthode de digestion (6 heures à 80 °C).

b) Que la méthode d'extraction prolongée (ébullition de 1 heure) est légèrement moins reproductible et que la méthode à l'autoclave (133 °C) telle que nous l'avons pratiquée donne bien des résultats plus élevés que les autres, mais sa reproductibilité est moins bonne encore.

c) Que l'augmentation de l'acidité est en relation avec l'augmentation de la teneur en extrait du fait de l'hydrolyse provoquée par des méthodes plus brutales où interviennent la durée de l'opération et la température.

2° L'examen de 20 échantillons par les 4 méthodes montre :

a) Une bonne concordance entre la méthode avec ébullition de 5 minutes et la méthode de digestion à 80 °C. Celle-ci donne des résultats plus élevés de l'ordre de 9 %.

b) La variabilité des méthodes par extraction prolongée ou à l'autoclave est plus forte. Par rapport à la méthode par digestion à 80 °C, elles donnent des résultats supérieurs d'environ 4 % et 13 % respectivement.

c) Le petit nombre d'échantillons examinés ne permet pas de conclure qu'une espèce de café donne systématiquement des extraits plus abondants, bien que les moyennes soient respectivement pour les cafés Robusta, Arabica, Abeokutae et Excelsa, de 28,65, 26,18, 29,05, 25,59 (méthode par digestion à 80 °C pendant 6 h).

d) On ne peut conclure qu'une espèce déterminée ait une aptitude à l'hydrolyse différente des autres, sous l'influence des hautes températures.

3° Il nous paraît indispensable de mettre à l'étude quelques méthodes de dosage de l'extrait aqueux afin d'arriver à adopter une ou plusieurs méthodes de référence, comportant entre autre une standardisation de la mouture (dont l'influence sur le résultat est importante) et du mode opératoire.

La méthode de digestion à 80 °C pendant 6 heures semble bonne, mais la méthode par décoction avec ébullition de 5 minutes a donné une reproductibilité extrêmement satisfaisante et en outre elle se caractérise par sa grande simplicité et sa rapidité d'exécution.

WILBAUX (R.), HAHN (D.). — **Some considerations on the determination of the water soluble extract of roasted coffee.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 55-63, tabl., ref.

1° From tests on the reproducibility of the results of four different methods we conclude that :

a) The method of extraction in boiling water during 5 minutes is statistically the best one, followed by the process by infusion at 80 °C during 6 hours.

b) The prolonged extraction (1 hour) in boiling water, gives slightly less reproducible results and the method of digestion at 133 °C in an autoclave, such as we have used, certainly gives higher results than the others, but the « reproducibility » is even less good.

c) The increase of the acidity of the water solution is in relation with the increase of the solids extracted because of the hydrolysis caused due to more violent methods in which duration and temperature are important.

2° Analysis of 20 samples by the four methods shows :

a) A good relation exists between results of the 5 minutes extraction in boiling water and the results of a 6 hours digestion at 80 °C. This last method gives figures about 9 % higher.

b) The variability of the methods with 1 hour extraction in boiling water and digestion at 133 °C is higher. In comparison with the digestion method at 80 °C, the results are respectively 4 % and 13 % higher.

c) With such a small number of samples, it is not possible to conclude that any one species has a higher extract content than another, though the mean contents for Robusta, Arabica, Abeokutae and Excelsa coffees are respectively 28.65, 26.18, 29.05, 25.59 (by digestion during 6 hours at 80 °C).

d) One cannot conclude that any one of the coffees could be more easily hydrolysed than another under the influence of high temperatures.

3° We think that it is essential to start a study of certain methods of analysis of the water soluble extract with the object of being able to adopt one or several methods of reference, which should standardize among other things the degree of grinding (which has a considerable effect on the results) and the operative methods used.

The method of digestion at 80° C for 6 hours seems good, but the method of decoction by boiling for 5 minutes gave an extremely satisfactory degree of reproducibility and, in addition, is simple and quickly carried out.

WILBAUX (R.), HAHN (D.). — **Betrachtung über die Bestimmung des wässerigen Extrakts beim Röstkaffee.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 55-63, tabl., ref.

1° Die Versuche zur Wiederholbarkeit mit vier erprobten Methoden ergaben dass :

a) Die Methode der 5 Minuten Siededauer statistisch die zulässigste war gefolgt von der Methode der Digestion (6 Stunden bei 80 °C).

b) Die Methode der verlängerten Extraktion (eine Stunde bei Siedetemperatur) etwas weniger wiederholbar war und die Methode mittels Autoklav (133 °C) so wie wir sie angewendet hatten höhere Ergebnisse als die übrigen erbrachte, ihre Wiederholbarkeit dagegen noch ungünstiger war.

c) Die Erhöhung des Säuregehalts mit der Zunahme des Extraktgehalts in Zusammenhang steht angesichts der Hydrolyse, die durch gröbere Methoden ausgelöst wird, bei denen die Verfahrensdauer und die Temperatur intervenieren.

2° Die Untersuchung von 20 Proben mittels dieser Methoden zeigt :

a) Eine gute Übereinstimmung zwischen der Methode der 5 Minuten Siededauer und der Methode der Digestion bei 80 °C. Die Ergebnisse der Letzteren liegen 9 % höher.

b) Die Veränderlichkeit der Methode der verlängerten Extraktion und der Methode mittels Autoklav ist grösser. Im Vergleich zur Methode der Digestion bei 80 °C liegen ihre Ergebnisse etwa 4 % bezw. 13 % höher.

c) Die geringe Anzahl untersuchter Proben lässt nicht darauf schliessen, ob eine Kaffeeart systematisch ergiebigere Extrakte liefert, obwohl der Durchschnitt für die Kaffees Robusta, Arabica, Abeokutae und Excelsa 28,65 ; 26,18 ; 29,05 ; 25,59 ergibt (Methode der Digestion bei 80 °C).

d) Man kann nicht daraus schlussfolgern, dass eine bestimmte Art unter dem Einfluss der Temperatur eine von den anderen Arten verschiedene Eignung zur Hydrolyse habe.

3) Es scheint uns unerlässlich einige Bestimmungsmethoden des wässerigen Extrakts eingehend zu prüfen, um zur Annahme einer oder mehrerer Referenzmethoden zu gelangen, die u. a. eine Standardisierung der Mahlung (deren Einfluss auf das Ergebnis wichtig ist) und der Methodik beträgt.

Die Methode der Digestion während 6 Stunden bei 80 °C scheint geeignet, aber die Methode der Dekoktion mit 5 Minuten Siededauer ergab eine äusserst zufriedenstellende Wiederholbarkeit und ist ausserdem durch ihre grosse Einfachheit und rasche Ausführung gekennzeichnet.

WILBAUX (R.), HAHN (D.). — **Consideraciones sobre la determinación del extracto acuoso en el café tostado.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 55-63, tabl., ref.

1° Los ensayos de reproductibilidad de cuatro métodos experimentados muestran :

a) Que el método con ebullición durante 5 minutos era estadísticamente el mejor, siguiéndole el método de digestión (6 horas a la temperatura de 80 °C).

b) Que el método de extracción prolongada (ebullición durante 1 hora) es un poco menos reproductible y que el método utilizando la autoclave (133 °C) en las condiciones de nuestro ensayo, ha dado resultados mucho más altos que las demás técnicas, pero su reproductibilidad es aun menos buena.

c) Que la acidez va aumentando con el porcentaje de extracto lo que se explica por la hidrólisis provocada por métodos más brutales con intervención de la duración de la operación y de la temperatura.

2° El examen de 20 muestras según cuatro métodos revela :

a) Una buena concordancia entre el método con ebullición durante 5 minutos y el método de digestión a la temperatura de 80 °C. El último da resultados superiores de un 9 %.

b) La variabilidad de los métodos para la extracción prolongada o utilizando una autoclave es más grande. Comparados con el método con digestión a 80 °C, dan resultados superiores de un 4 % y un 3 % respectivamente.

c) Dado el número escaso de muestras examinadas no se puede concluir que con una especie de café se obtienen sistemáticamente extractos más abundantes, a pesar de haber hallado para los cafés Robusta, Arabica, Abeokutae y Excelsa promedios respectivos de 28,65 ; 26,18 ; 29,05 ; 25,59 (método con digestión a 80 °C durante 6 horas).

d) No se puede concluir que una especie determinada tiene una aptitud para la hidrólisis diferente de las demás, bajo el efecto de altas temperaturas.

3° Nos parece indispensable el estudio de algunos métodos de dosificación del extracto acuoso para poder adoptar uno o varios métodos de referencia presentando como ventajas una estandarización de la molienda (cuya influencia sobre los resultados es importante) y del modo de operar.

El método de digestión a 80 °C durante seis horas parece bueno, pero el método de decocción con ebullición durante cinco minutos ha dado una reproductibilidad del todo satisfactoria y, además, se caracteriza por su gran sencillez y su rápida ejecución.

WILBAUX (R.), HAHN (D.). — **Considerações sobre a determinação do extracto aquoso do café torrado.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 55-63, tabl., ref.

1º Os ensaios de reprodutividade de quatro métodos experimentados mostraram :

a) Que o método com ebulição de 5 minutos era estatísticamente o mais válido, seguido do método de digestão (6 h a 80 ºC).

b) Que o método de extracção prolongada (ebulição de 1 h) é ligeiramente menos reprodutivo e que o método pelo autoclave (133 ºC), tal como nós o praticamos, dá resultados bem mais elevados que os restantes, mas a sua reprodutividade é ainda menor.

c) Que o aumento de acidez está em relação com o aumento do teor em extracto, devido à hidrolise, provocada pelos métodos mais enérgicos, onde intervêm a duração da operação e a temperatura.

2º O exame de 20 amostras pelos quatro métodos mostra :

a) Uma boa concordância entre o método com ebulição de 5 minutos e o método de digestão a 80 ºC. Este dá resultados mais elevados, da ordem dos 9 %.

b) A variabilidade dos métodos por extracção prolongada ou pelo autoclave é mais forte. Em relação com o método por digestão a 80 ºC, eles dão resultados superiores de cerca de 4 % e 13 % respectivamente.

c) O pequeno número de amostras examinadas não permite concluir que uma espécie de café dê sistemàticamente extractos mais abundantes, embora os métodos sejam, respectivamente para os cafés Robusta, Arabica, Abeokutae e Excelsa, de 28,65 ; 26,18 ; 29,05 ; 25,59 (método por digestão a 80 ºC durante 6 h).

d) Não se pode concluir que uma espécie determinada tenha uma aptidão para a hidrólise diferente das outras, sob a influência de altas temperaturas.

3º Parece-nos indispensável pôr em estudo alguns métodos de dosagens do extracto aquoso, a fim de se chegar a adoptar um ou mais métodos de referência, comportando entre outros aspectos uma padronização da moenda (cuja influência sobre o resultado é importante) e do modo operatório.

O método de digestão a 80 ºC, durante 6 h, parece bom, mas o método por decocção com ebulição de 5 minutos deu uma reprodutividade extremamente satisfatória, e caracterizou-se pela sua grande simplicidade e rapidez de execução.



M. LEVENSON, présidant une séance

SUGGESTIONS POUR UNE RÉGLEMENTATION DU CAFÉ « PIQUÉ »



E. ILLY et L. RUZZIER
Illycaffè, S. p. A., Trieste

Une question douanière — pour laquelle j'ai été récemment interrogé — est à l'origine de cette communication : en effet, j'ai dû m'attacher à l'étude du problème spécifique des cafés piqués et de la législation italienne qui s'y rapporte.

Le fait que nos lois en la matière sont incomplètes, et que les perspectives du marché international du café sont plutôt sombres, m'a conduit à étudier à fond le problème sous tous ses nombreux aspects, avec l'espoir de contribuer à la clarification non seulement de la législation italienne, mais aussi, sur un plan plus vaste, à la normalisation des lois internationales européennes.

L'examen des lois et des règlements italiens relatifs aux produits alimentaires en général et au café en particulier montre que la législation italienne reconnaît aux Bureaux de Douane — selon la loi phytosanitaire de 1957 — le droit de contrôler le café vert importé et confie aux Bureaux Sanitaires — selon la loi de 1962 — la surveillance du café du point de vue alimentaire.

Les deux domaines de contrôle sont clairement différenciés, mais les difficultés apparaissent lorsque les lois doivent être mises en pratique : en effet, les expressions génériques comme « endommagé », « avarié », « marchandise infestée par les insectes », etc... peuvent être interprétées de plusieurs façons, si bien que les restrictions peuvent être appliquées de manières très diverses.

Sans doute faudrait-il, pour permettre une interprétation consciencieuse des règlements, établir en premier lieu la signification précise des termes clés comme : endommagé, avarié, infesté, piqué, etc... et ensuite fixer les critères standard de caractères technologique et commercial, qui seraient officiellement adoptés dans l'application des lois mentionnées.

Il est d'ailleurs également évident que, pour proposer une clarification de ce genre, il faille disposer d'une riche documentation législative et aussi d'un copieux matériel scientifique, chimique et technologique.

Les recherches conduites à ce propos en Italie n'ont pas donné de résultats satisfaisants, de sorte que j'ai tourné mon attention vers l'étranger.

Poussé par le désir de savoir comment les autres pays ont fait face au problème du café « piqué », j'ai consulté quelques législations européennes et, pour mieux approfondir la connaissance de ce problème compliqué, j'ai aussi demandé l'opinion personnelle de quelques personnalités étrangères particulièrement qualifiées.

Cette enquête a été extrêmement intéressante et instructive, même si, en définitive, elle a fourni des données totalement inattendues.

Il s'est manifesté clairement, en effet, que si en Italie, et aussi en Allemange, le problème des cafés piqués est un problème connu, mais pas encore suffisamment défini, dans d'autres pays tels que la Hollande, la Belgique, la Suisse, etc... la piqûre d'insecte n'est pas même mentionnée. D'autre part, il y a des pays dans lesquels un tel défaut est depuis longtemps pris en considération et inclus dans les tableaux de classification, comme au Portugal, et sévèrement contrôlé et combattu,

comme en France. Il est intéressant de signaler, à ce propos, qu'on a justement en France l'intention de substituer à l'ancienne classification une nouvelle, encore à l'étude, défendant l'importation de café qui présente dans l'échantillon plus de 15 défauts en grains piqués.

De ce que je viens d'exposer, il ressort que **le problème du café piqué est considéré dans les différents pays selon quatre points de vue :**

1. Le café piqué n'est pas un café défectueux (il n'y a pas de lois à cet égard).

2. Le café piqué constitue un grave danger de contagion pour les autres denrées (lois phytosanitaires).

3. Le café piqué est un produit hygiéniquement inacceptable (lois hygiéniques et sanitaires),

4. Le café piqué est simplement un produit qualitativement déprécié (dépréciation commerciale).

Le problème doit donc être considéré sous ses trois aspects :

a) **Phytosanitaire :** le problème est évident, d'indiscutable importance et reconnu par la presque totalité des pays.

b) **Hygiénique :** même s'il y a des lois en la matière, le problème n'est pas clairement défini. Un café piqué est-il vraiment dangereux pour la santé ? Ou bien les insectes à l'origine du dégât le sont-ils ?

Des recherches bibliographiques, il ne ressort pas que des études spéciales aient été conduites dans ce domaine. Le seul ouvrage que j'ai pu trouver exclut la toxicité des cafés piqués (1).

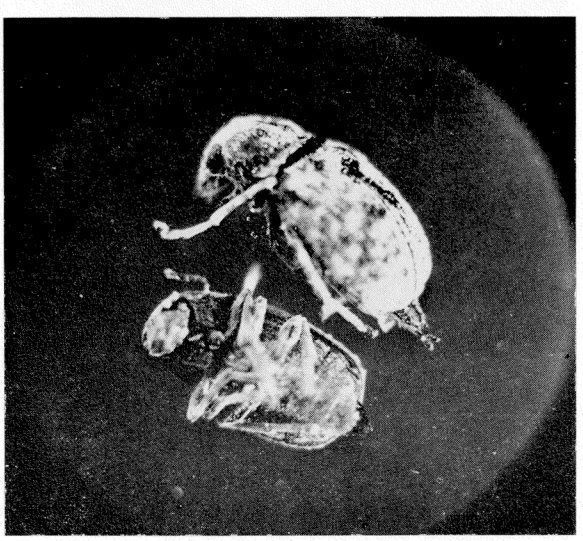
c) **Commercial :** l'examen de la littérature montre au contraire que quelques chercheurs ont déjà porté leur attention sur l'étude des modifications chimiques produites par les parasites dans le grain de café. Bien que ces recherches soient encore limitées à quelques-uns des nombreux composés du café et à l'analyse de quelques propriétés de la boisson, les résultats obtenus suggèrent simplement la possibilité d'un déclassement qualitatif du produit. Tout le problème du café piqué, après contrôle phytosanitaire, est donc simplement réduit à un problème d'intérêt commercial.

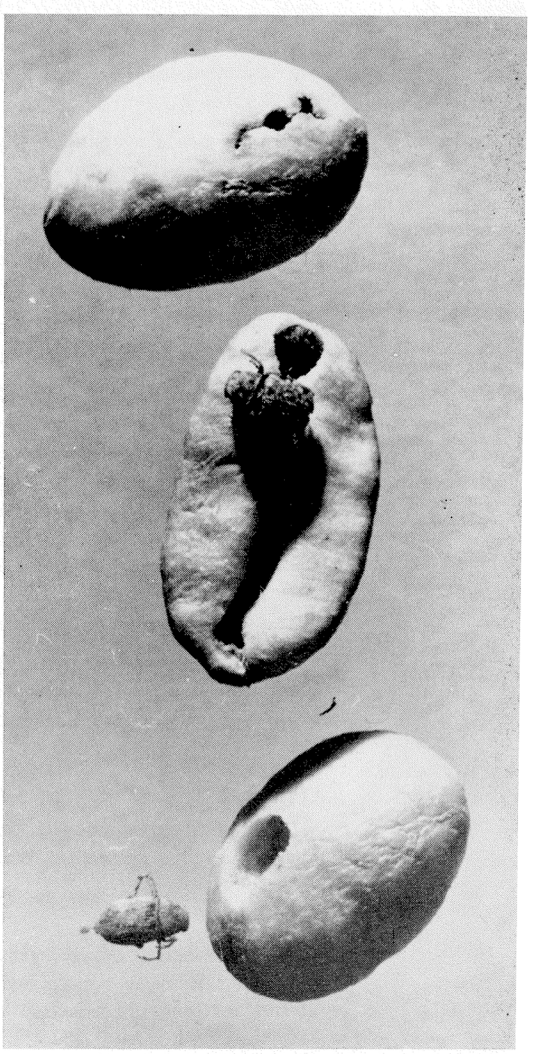
En considération de ce que je viens d'exposer, je pense que :

1. L'Etat doit intervenir dans le contrôle des cafés importés, par le moyen des Bureaux de douane, du point de vue phytosanitaire, en exigeant la désinfestation des lots qui présentent des insectes vivants.

Ci-contre : Grains attaqués par *Araecerus fasciculatus*

Ci-dessous : *Araecerus fasciculatus*





2. Les cafés piqués, après avoir été désinfestés, ne devraient plus être soumis aux restrictions des Bureaux d'hygiène, mais être classés sur la base de leur indice d'infestation par les scolytes dans différentes catégories ou groupes de qualités et donc jugés exclusivement selon des critères commerciaux.

Naturellement, pour pouvoir proposer une classification acceptable sur le plan international, des études et des recherches adéquates sont nécessaires. De telles recherches pourraient être conduites par l'I. F. C. C., dans un travail en collaboration. **Les sujets à examiner** sont innombrables, mais les plus urgents, à mon avis, sont les suivants :

1. Quelles sont les transformations chimiques déterminées par les parasites dans les grains de café ?

Du point de vue commercial, il pourrait être intéressant d'établir les différences susceptibles d'être rencontrées dans les grains selon que le dégât a eu lieu sur l'arbuste (*Stephanoderes*) ou seulement plus tard dans les entrepôts (*Araecerus*).

2. Les régions attaquées par les parasites sont-elles particulièrement exposées à une éventuelle attaque de moisissures ?

3. Quel est le système le plus approprié pour déterminer l'indice d'infestation par les scolytes ? Une ample étude a déjà été réalisée sur ce sujet par A. BAIÃO, ESTEVES, qui justement souligne la nécessité d'inclure dans cet indice les deux éléments : extension et intensité (2).

4. Quel est le degré d'infestation qui n'influence pas de façon perceptible la qualité du café ?

5. Existe-t-il une différence d'indice pour les différents types (Arabica et Robusta) et pour les différentes préparations (naturel et semi-lavé) ?

Le résultat de ces recherches pourrait suggérer les **critères d'évaluation** les plus appropriés, à adopter sur le plan commercial et sur le plan législatif :

1. Méthodes pour reconnaître les grains piqués.

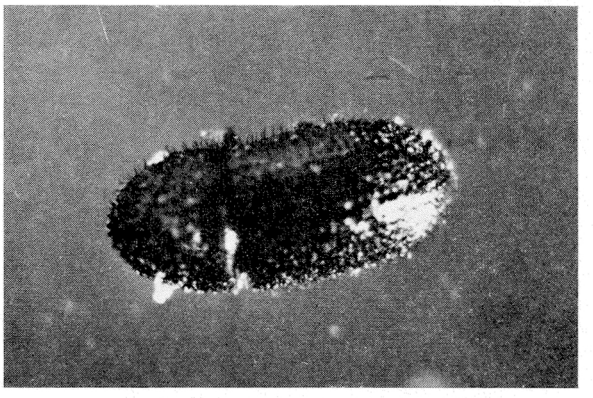
2. Méthode standard de détermination de l'indice d'infestation par les scolytes et technique de prélèvement et de préparation de l'échantillon.

3. Fixation du nombre de piqûres au-delà duquel le café est déconseillé pour la préparation de la boisson.

4. Fixation du nombre maximum de piqûres qui n'influence pas la qualité de la boisson.

5. Eventuelles limites intermédiaires.

Naturellement, l'idéal serait que toutes les législations européennes reconnaissent et adoptent intégralement les cinq critères que j'ai exposés, ou, du moins, les trois premiers.



Stephanoderes hampei



Divers aspects de grains de café parasités par *Stephanoderes hampei*. On remarquera que les grains sont taraudés par plusieurs galeries



Grain attaqué par *Stephanoderes hampei*

En conclusion, je pense qu'il est nécessaire de mettre en relief que, pendant une période d'une durée probable de trois-quatre ans, d'importantes quantités de café piqué seront mises sur le marché mondial à cause :

a) des récoltes insuffisantes des dernières années et du recours aux stocks très vieux et donc souvent infestés par l'*Araecerus*,

b) des conditions climatiques extrêmement favorables au développement du *Stephanoderes* en certaines régions de l'Afrique et de l'Amérique du Sud ;

c) de l'insuffisante préparation technique dans le domaine de la désinfestation dans beaucoup de pays africains.

Tout cela conduit à suggérer aux autorités qui sont chargées de contrôler le café, les mesures suivantes :

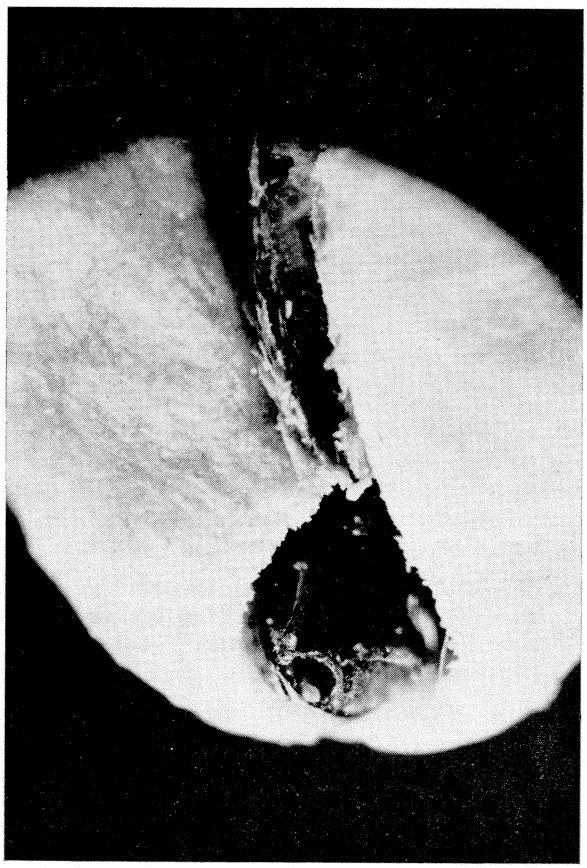
1 : *a*) permettre l'importation du café s'il est exempt de parasites vivants,

b) exiger la désinfestation des lots qui ne répondent pas au point précédent.

2 : s'il est nécessaire de fixer une limite quantitative à la présence des grains piqués, appliquer un critère très large au début (en admettant même 25-30 % de grains piqués), mais adopter ensuite une échelle rigide de restrictions, qui permette d'atteindre la limite désirée dans une période de trois-quatre ans, période suffisante pour permettre aux industriels et surtout aux cultivateurs d'adopter les normes techniques et les procédés aptes à fournir des cafés qui répondent aux exigences posées.

BIBLIOGRAPHIE

1. Dr C. GRIEBEL, *Pharmazeutische Zeitung*, **83**, 18, 1947.
2. A. B. BAIÃO ESTEVES, Método radiologico para determinação do grão furado de café cru. *Rev. do café português* (Lisbonne), 1959, nº 21, p. 39-61, nº 22, p. 27-54, fig., tabl., réf.



Grain de café « bruché ». A la différence de l'attaque des *Stephanoderes*, il n'y a ici qu'un seul trou. *Araecerus fasciculatus* dévore à lui seul l'intérieur du grain.

DISCUSSION

M. HEESTERMAN : Avez-vous l'impression que les cafés ont été plus sévèrement attaqués ces dernières années qu'auparavant ?

— M. ILLY : Ce problème est plus important depuis un an. Il est lié au volume de la récolte ; celui des dernières années a été faible et le Brésil a mis sur le marché de vieux stocks infestés par Araecerus. *Mais en Italie, on a également eu des difficultés avec le café de Côte d'Ivoire : l'infestation par* Stephanoderes *était-elle due à des aléas climatiques ou à une désinfestation moins soignée que par le passé ? En tous cas, le problème du café piqué est actuellement en Italie un problème national, car nous devons respecter une loi générale qui stipule simplement le café infesté de parasites, malpropre, altéré. Ceci est tellement général, que si un café présente une seule piqûre sur l'échantillon de 300 g, cela est suffisant pour avoir des complications avec la douane.*

Les pays qui n'ont pas de loi n'en désirent pas : c'est le cas de la Belgique, de la Hollande, de l'Angleterre, de la Suisse où sous les concepts mal définis d'« altération » on n'admet pas le café s'il est altéré, mais on ne spécifie pas si le café piqué est un café altéré.

*Il faut être réaliste et s'attendre à ce qu'au cours des trois, quatre prochaines années, il faudra s'habituer au goût du café piqué. En vérité, avec la torréfaction, la plupart des insectes (*Stephanoderes *et* Araecerus*) ne sont plus présents dans le grain, les trous s'étant agrandis. Il reste quelquefois des* Stephanoderes*, car leurs galeries sont très compliquées ; je peux vous montrer des photographies.*

M. WILBAUX : Le problème qui vient d'être soulevé est compliqué, mais tout à fait à l'ordre du jour, et important. La lutte contre le Stephanoderes *doit se faire par des récoltes sanitaires. Les traitements insecticides n'ont pas été considérés comme payants.*

Pour que ces pratiques se développent, il faudrait que les planteurs touchent un meilleur prix pour les cafés exempts de piqûres. Le pourcentage de grains ne comportant qu'un seul trou de Stephanoderes *est de 22 à 85 %. En ce qui concerne le café Robusta de Côte d'Ivoire, le taux d'infestation semble plus fort sur les gros grains que sur les petits.*

Des analyses chimiques de grains piqués de diverses origines, faites par Leggieri, avaient révélé des différences qui ne pouvaient servir de critères. Il faut trouver un caractère fixant la gravité de l'infestation.

— M. ILLY : En ce qui concerne les classifications, M. BAIÃO ESTEVES proposera un système très pratique.

En ce qui concerne les différences données par l'analyse chimique des grains sains et des grains piqués, il est nécessaire d'établir : d'abord si ces différences existent réellement, ensuite si elles sont le fait de l'insecte, de son activité chimique, ou si l'insecte ne s'est attaqué qu'aux grains dont le substrat présentait certaines caractéristiques, une certaine composition chimique.

M. WILBAUX : Il existe certainement des chimiotropismes et je l'admets volontiers pour Araecerus *; mais cela me semble improbable dans le cas de* Stephanoderes *qui s'attaque aux cerises. L'attaque des stocks par* Stephanoderes *ne semble pas possible lorsque le taux d'humidité a été ramené à une limite raisonnable, 12-12,5 %. Pour* Araecerus*, il y a également des taux d'humidité qui le freinent ou lui permettent de se développer.*

M. GREENWOOD-BARTON : On the hygienic aspects of bored coffee the meeting would be very interested to know what attitude the U. S. Food and Drug Administration has taken with regard to coffee imports. The U. S. A. is the world largest importer of coffee ; the Food and Drug Administration has led the world in legislative action designed to eliminate filth from foods and has introduced a filth test, which included a count of insect fragments. By this time some realistic standards of practical application to coffee have probably been reached and a knowledge of these standards would be of help to the meeting.

M. WOOTTON : Further to the comments of the chairman, I should like to add that, although no coffee is exported from East Africa noticeably affected by borer type infestation, this problem is familiar to East Africa. It is found that an adequate field and advisory service, such as it has been established in the arabica-growing areas in particular, can identify and eliminate, by appropriate treatment, borer type infestation quite easily and cheaply.

ILLY (E.), RUZZIER (L.). — **Suggestions pour une réglementation du café « piqué ».** Second Colloque International sur la chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 64-70, fig., ref.

Ayant été amené à étudier le problème des cafés piqués et de la législation italienne s'y rapportant, les AA. ont étendu leur étude à l'ensemble des pays européens afin de rechercher la possibilité d'établir des normes internationales dans ce domaine.

Le problème doit être examiné sous trois aspects :

— phytosanitaire : aspect évident, reconnu par la presque totalité des pays,

— hygiénique : un café piqué est-il nuisible à la santé ? Les insectes à l'origine du dégât le sont-ils ?

— commercial : les travaux faits jusqu'à présent dans ce domaine concluent à un simple déclassement qualitatif.

Pour arriver à une classification internationale, des études approfondies devraient être entreprises et aboutir à :

— des méthodes pour reconnaître les grains piqués,

— une méthode standard de détermination de l'indice d'infestation par les scolytes et de prélèvement et de préparation des échantillons,

— la fixation du nombre de piqûres à partir duquel le café est déconseillé pour la consommation et du nombre maximum de piqûres qui n'influence pas la boisson.

ILLY (E.), RUZZIER (L.). — **Some suggestions for the control of coffee damaged by borers.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 64-70, fig., ref.

Having been called upon to study the problem of coffees damaged by borers and of the Italian legislation pertaining to it, the AA have extended their study to cover all european countries with the view of finding out whether there exists a possibility of establishing international standards in this field.

The problem should be examined from three points of view :

— phytosanitary : obvious appearance, recognised by nearly all countries.

— hygienic : is a bored coffee bean harmful to health ? Are the insects responsible for the damage harmful to health ?

— commercial : work carried out in this field up to now points to a simple qualitative down grading.

In order to reach an international classification, exhaustive studies must be carried out with the following questions in view :

— methods for recognising bored beans,

— a standard method in order to determine the intensity index of the infestation by the borers and for the preparation of samples,

— the determination of the number of affected beans above which the coffee would be considered unfit for consumption and of the maximum number of damaged beans which would have no effect on the beverage.

ILLY (E.), RUZZIER (L.). — **Vorschläge für eine Reglementierung des insektengeschädigten Kaffees.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 64-70, fig., ref.

Nachdem sie das Problem der insektengeschädigten Kaffees und der sich darauf beziehenden italienischen Gesetzgebung geprüft hatten, dehnten die Autoren ihre Untersuchung auf ganz Europa aus, um die Möglichkeit internationaler Normen auf diesem Gebiet zu prüfen.

Das Problem ist unter drei Gesichtspunkten zu prüfen :

— pflanzengesundheitlich : ein selbstverständlicher Gesichtspunkt der von fast allen Ländern anerkannt wird,

— hygienisch : schadet ein insektengeschädigter Kaffee der Gesundheit ? schaden die für die Beschädigung verantwortlichen Insekten der Gesundheit ?

— handelsüblich : die bisher auf diesem Gebiet veröffentlichten Arbeiten schliessen auf eine einfache Herabsetzung in der Qualitätsordnung.

Um zu einer internationalen Klassifikation zu gelangen, müssten eingehende Untersuchungen vorgenommen werden, um folgene Ziele zu erreichen :

— Methode zur Erkennung der insektengeschädigten Bohnen,

— Standardmethode zur Bestimmung der Richtzahl bei Befall durch Borkenkäfer und zur Stichprobeentnahme und Vorbereitung der Proben,

— Festsetzung der Zahl der Insektenstiche ab welcher der Verbrauch des Kaffees abgeraten wird und der Höchstzahl von Stichen welche das Getränk nicht beeinflussen.

ILLY (E.), RUZZIER (L.). — **Sugestiones para una reglementación del café brocado.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 64-70, fig., ref.

Una vez examinados el problema de los cafés brocados y la legislación italiana correspondiente, los autores ampliaron su estudio al conjunto de los países europeos, con el fin de buscar la posibilidad de establecer unas normas internacionales en este dominio.

El problema debe considerarse bajo tres aspectos :

— fitosanitario : aspecto evidente, reconocido por casi todos los países,

— higiénico : ¿ es perjudicial para la salud el café brocado ? ¿ son nocivos también los insectos que provocaron el daño ?

— comercial : de los trabajos hechos hasta hoy se saca la conclusión que los cafés brocados se ponen en una clase de cualidad inferior.

Para llegar a una clasificación internacional sería preciso hacer unos estudios profundizados con los siguientes fines :

— desarrollar métodos para distinguir los granos brocados,

— desarrollar un método standard para determinar el índice de infestación por las brocas del café, sacar y preparar las muestras,

— fijar el número de perforaciones a partir del cual se desconseja el café para el consumo y el número máximo de perforaciones que no altera la bebida.

ILLY (E.), RUZZIER (L.). — **Sugestões para uma regulamentação do café furado.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 64-70, fig., ref.

Tendo sido levados a estudar o problema do café furado e da legislação italiana a ele referente, os autores alargaram o seu estudo ao conjunto dos países europeus, para sondar a possibilidade de elaborar normas internacionais sobre o assunto.

O problema deve ser examinado segundo três aspectos distintos :

— fitossanitário : aspecto evidente, reconhecido pela quase totalidade dos países,

— higiénico : um café furado é nocivo à saúde ? Os insectos que provocam o ataque sê-lo-ão também ?

— comercial : os trabalhos feitos até à presente data neste domínio conduzem a uma simples desclassificação qualitativa.

Para se elaborar uma classificação internacional deviam ser empreendidos estudos mais profundos que incidiriam especialmente sobre:

— Os métodos para reconhecer o grão furado,

— um método padrão para se determinar o índice de infestação pela broca do grão e outro de colheita e preparação da amostra,

— a fixação do número de furos, a partir do qual o café é considerado impróprio para o consumo e do número máximo de furos que não influencia a bebida.

PREMIER ESSAI POUR RECONNAÎTRE LES GRAINS DE CAFÉ VERT DÉFECTUEUX, EN LES EXAMINANT AU MICROSCOPE A RAYONS X



A. BAIÃO ESTEVES

Missão de estudos agronomicos do ultramar, Lisboa

INTRODUCTION

La difficulté à laquelle on se heurte lorsque l'on veut évaluer la qualité du café vert tient aux lots dans lesquels les grains sans défaut sont mélangés à des grains défectueux, de différentes natures et en proportions diverses.

Ce mélange est la cause principale de la dépréciation du café commercial et d'une véritable dénaturation d'un produit dont on veut défendre et améliorer la qualité (9).

Pour avoir une idée de la valeur des cafés verts sur les marchés, on a généralisé un procédé qui a son fondement dans « une classification physique, déterminée par le traitement du café et, à la fin, par la qualité de la liqueur » (1).

Les principes de base de cette classification ont un fondement incomplet et subjectif. Aussi, pour le café portugais, a-t-on essayé de trouver des caractéristiques susceptibles d'être analysées en laboratoires (7, 10).

Différencier le grain de café vert sans défaut du grain défectueux est un problème délicat qui exige une profonde connaissance du grain lui-même. Pratiquement, on évalue la qualité d'un lot de café vert sur un échantillon qui doit le représenter. Pendant l'expertise de l'échantillon on doit séparer les grains défectueux, c'est dire qu'il faut bien les connaître, selon les réglements de la classification des cafés de différents pays qui, à cet égard, ne sont pas toujours bien clairs (2, 8, 11).

CALLE (1) a mis au point une méthode chimique pour distinguer les grains défectueux des cafés Arabica traités par voie humide, méthode qui est déjà employée par quelques laboratoires d'Amérique latine.

Nous avons essayé ces réactions colorimétriques sur les cafés Robusta d'Angola, mais il n'a pas été possible d'obtenir de bons résultats. L'existence de la pellicule dans les cafés Robusta, traités par voie sèche, masque toujours les réactions sur l'albumen et, dans ces conditions, on ne peut avoir aucune certitude avec cette méthode.

Les « réactions de CALLE » ont l'inconvénient de détruire l'échantillon sur lequel on travaille. C'est pour cette raison que nous avons déjà mis au point une méthode physique pour la détermination des grains piqués par le *Stephanoderes hampei* (3, 4, 5, 6), en employant un appareil à rayons X pour contrôler le grain.

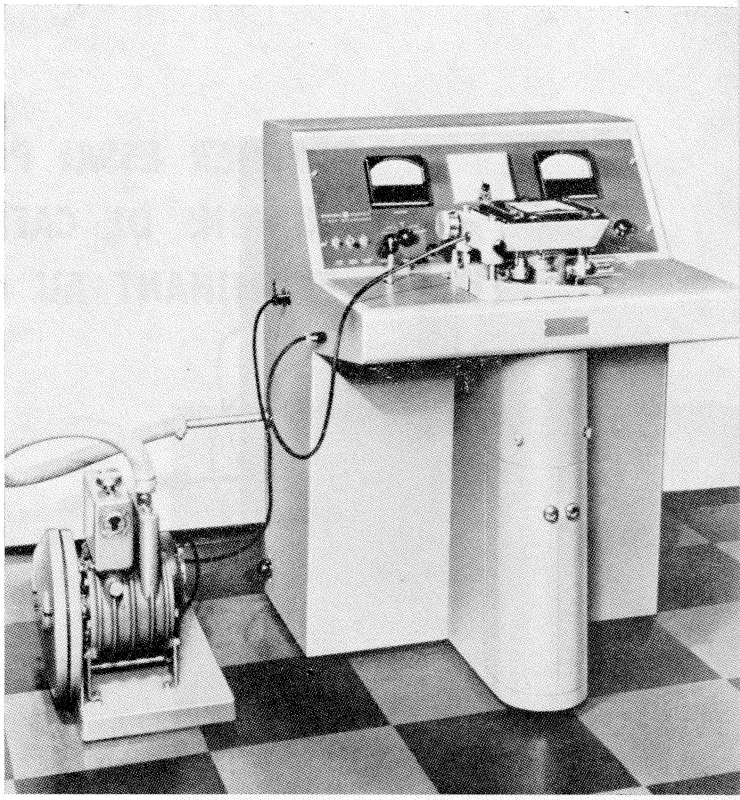
On a également essayé de distinguer les grains de café vert défectueux dans les échantillons commerciaux, en employant un microscope à rayons X. Il ne s'agit que d'un essai préliminaire, et on ne pourra tirer de conclusions que lorsque les résultats d'une expérimentation ultérieure seront connus.

MATÉRIEL

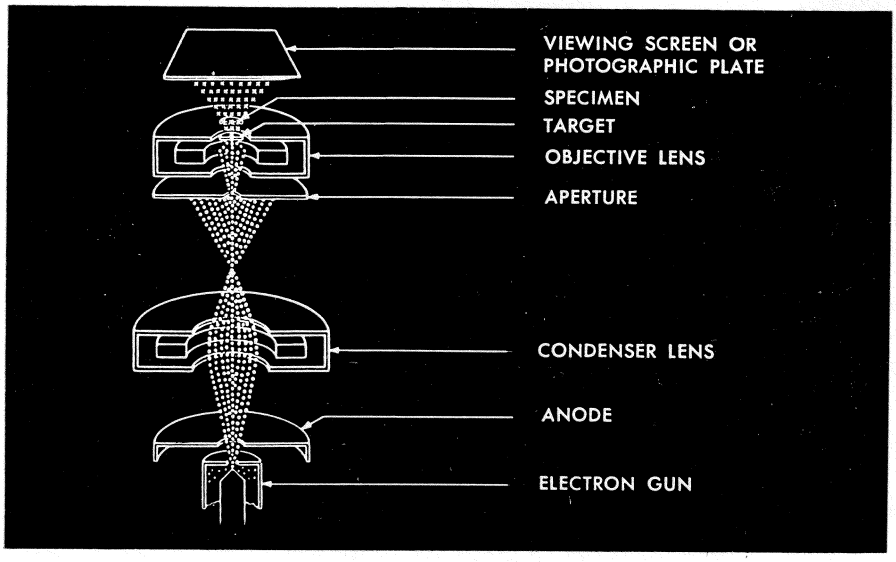
On a utilisé pour cet essai un microscope à rayons X « General Electric », modèle A 5001. C'est un instrument destiné à la recherche pratique avec une grande profondeur de champ, un pouvoir de résolution très élevé, une grande pénétration et donnant une image stéréographique qui peut atteindre une amplification de 1500 x.

Il permet un examen différent de ceux que l'on peut faire avec d'autres microscopes optiques ou électroniques, car il montre les détails de la structure interne des échantillons, sans exiger leur préparation préalable, qui souvent détruit l'échantillon.

Le fonctionnement de ce microscope est très simple : un étroit faisceau d'électrons — qui est émis par une source d'électrons — passe au travers d'un système condenseur qui le dirige. Le faisceau, ainsi dirigé, traverse le système objectif, en produisant, dans le foyer principal, une image condensée de la source d'électrons. Cette minuscule source d'électrons engendre à son tour, sur l'écran du microscope, une petite source de rayons X qui vont traverser l'échantillon.



Microscope à rayons X de la « General Electric », modèle A 5001



Principe du fonctionnement du microscope à rayons X

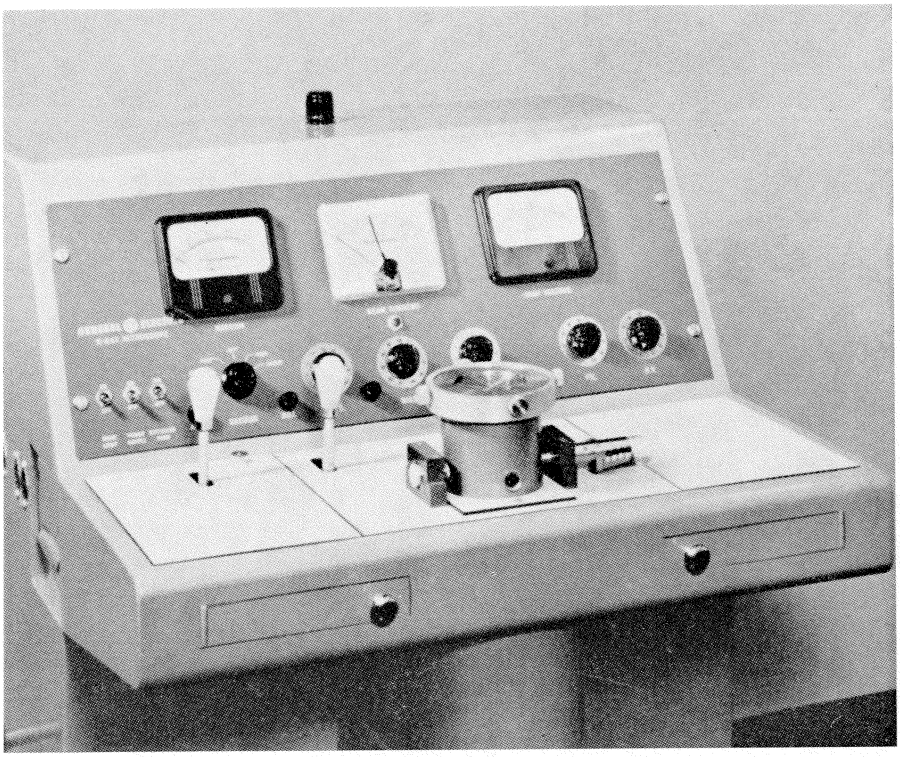


Tableau de contrôle du microscope à rayons X de la « General Electric »

ÉCHANTILLONS

Pour l'essai, on a utilisé un échantillon de café Robusta d'Angola, connu sous la désignation commerciale de « café Robusta d'Ambriz ». Le café provenant d'un domaine typique de la région d'Ambriz, était le produit d'une récolte unique (1958) et avait été préparé par voie sèche.

Dans cet échantillon, un expert en café a séparé, par sélection visuelle, trois types de grains : 1) café sans défaut, 2) café immature et 3) café fermenté, et en a formé trois échantillons différents.

Comme il ne s'agissait que d'un essai préliminaire, on a décidé de n'examiner, à ce stade, que deux types de grains défectueux, les plus discutés dans les expertises du produit : le café immature et le café fermenté.

ESSAIS

Les trois échantillons de café vert ont été envoyés au Département de Recherches sur les Rayons X de la « General Electric Co » de Wisconsin (Etats-Unis). On avait préalablement demandé la collaboration de cette société, car il n'était pas possible d'avoir un de ces microscopes au Portugal.

Pour l'examen des trois échantillons de café, on a utilisé les mêmes paramètres régulateurs de l'appareil de Wisconsin de façon que les différences que l'on puisse y trouver ne soient attribuées qu'au grain de café lui-même.

RÉSULTATS

Sur les photographies (pages suivantes), on peut voir les aspects fondamentaux qu'on a observé pendant l'examen du grain avec le microscope à rayons X. Il va sans dire que les radiographies étaient plus précises que les photographies elles-mêmes.

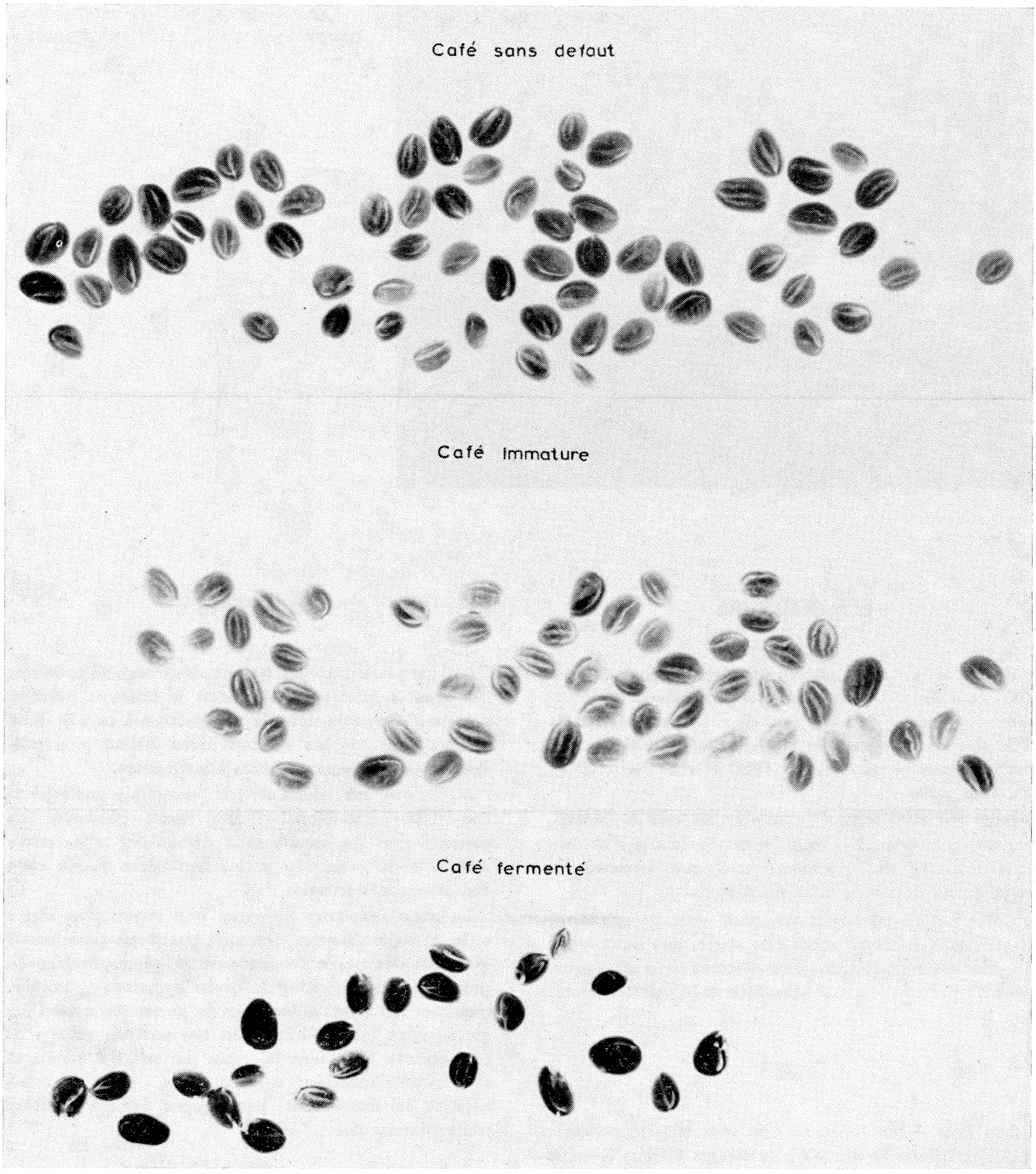
Sur le premier cliché on voit l'ensemble des aspects des trois échantillons. D'une façon générale, on constate que les grains sans défaut ont une teinte différente de celle des grains immatures ou de celle des grains fermentés.

Le grain immature présente une image plus claire et le grain fermenté a des tons beaucoup plus foncés que ceux des autres échantillons. Les photographies du grain immature et celles du grain fermenté, agrandies, montrent mieux les différences de structures quand les grains sont traversés par un faisceau de rayons X. Les orifices faits dans le grain par le *Stephanoderes* sont particulièrement remarquables, ainsi que les régions sur-fermentées, provoquées par un mauvais traitement du café.

CONCLUSIONS

Cet essai préliminaire montre qu'il est possible d'employer le microscope à rayons X pour examiner les échantillons de café. On peut, sans les détruire, y distinguer nettement quelques types de grains défectueux.

Ainsi, on a déjà pu observer les effets de l'attaque

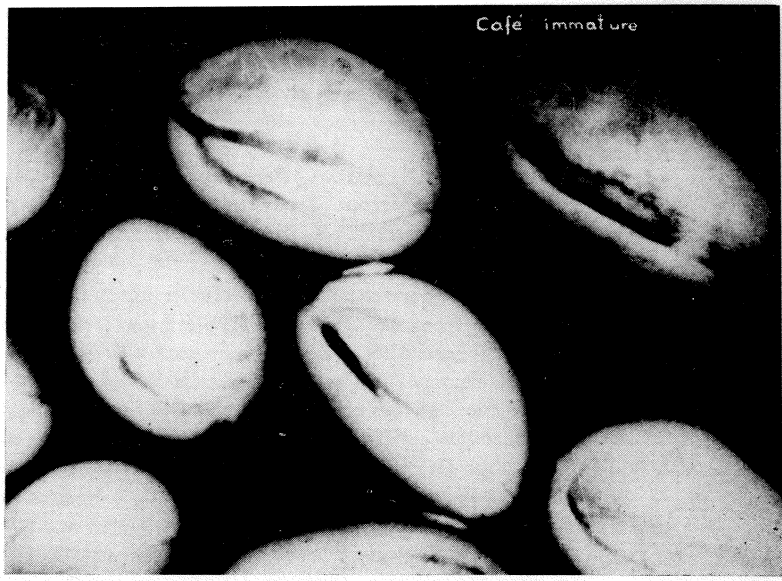


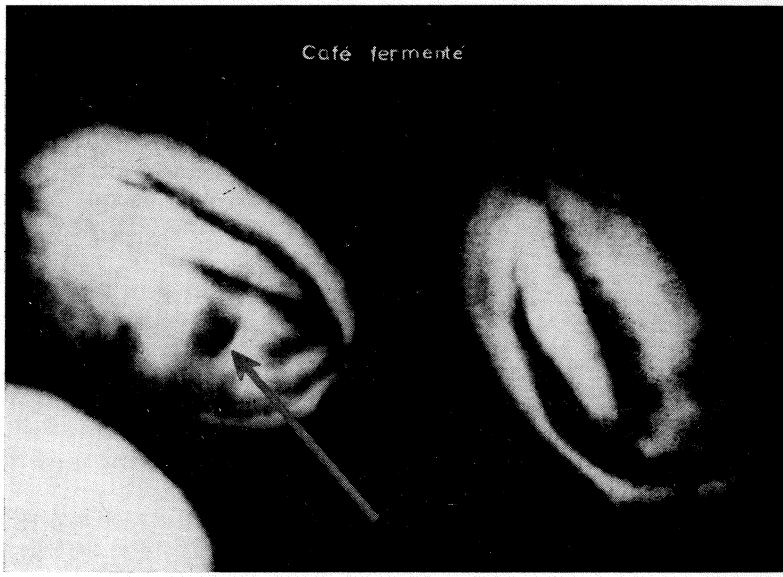
Aspect des grains de café sans défaut, immatures et fermentés examinés au microscope à rayons X

du *Stephanoderes*, ce qui représente un progrès sensible sur la méthode radiologique.

Cependant, ces observations ne constituent que la première phase d'une étude dont on aimerait voir les possibilités exploitées par des chercheurs ayant à leur disposition un de ces microscopes.







Agrandissements des photos des grains immatures et fermentés ; les différences de structure apparaissent nettement.

BIBLIOGRAPHIE

1. CALLE, H. V., Pruebas químicas para determinar la calidad del café. *Cenicafé* (Colombia) **6** (65), 158-160, 1955.
2. COSTE R., *Les caféiers et les cafés dans le monde.* Tome second. *Les cafés* (1er volume). Editions Larose. Paris. 1959, p. 372.
3. ESTEVES, A. BAIÃO, Método radiológico para determinação do grão furado de café cru. *Rev. café port.* (Lisboa) **6** (22-27-54), 1959.
4. ESTEVES, A. BAIÃO, Método radiológico para determinação do grão furado de café cru. *Rev. café port.* (Lisboa) **6** (21-39-61), 1961.
5. ESTEVES, A. BAIÃO, *Teor em grão furado do café Robusta de Ambriz.* Lisboa, Junta de Exportação do Café. 1961, p. 254-260. (Primeira reunião técnica F. A. O./C. C. T. A. sobre a produção e protecção do cafeeiro, Abidjan, Costa do Marfim, 1960, Comunicações da delegação portuguesa).
6. ESTEVES, A. BAIÃO, *Traitement du café. Rapport sur le point* 10 *de la première réunion technique de la F. A. O. sur la production caféière et la protection des caféiers.* (Abidjan, Côte d'Ivoire, 21-29 octobre 1960). Lisboa, Missão de Estudos Agronómicos do Ultramar, 1962, p. 6. (Dactylographié).
7. ESTEVES, A. BAIÃO, *Réalisations et but des études de chimie et de technologie de produits agricoles, organisées par la Mission d'Etudes Agronomiques d'Outre-Mer.* Conférences des Nations-Unies sur l'application de la science et de la technique dans l'intérêt des régions peu développées. Genève, 1962, p. 6.
8. FLORES, A. MORALES, *La clasificación del café.* FEDECAME (El Salvador) 1958, p. 64 (Publicación nº 83).
9. GUÉRARD R., *Normalisation et conditionnement des produits coloniaux d'origine végétale.* Tourcoing, Georges Frère, 1950, p. 147.
10. SILVA, H. LAINS e, Caracterização física, química e tecnológica dos cafés portugueses. *Rev. café port.* (Lisboa) **6** (21), 5-9, 1959.
11. WILBAUX R., *Le traitement du café.* Organisation des Nations-Unies pour l'alimentation et l'agriculture, Rome, 1961, p. 214.

ESTEVES (A. BAIÃO). — **Premier essai pour reconnaître les grains de café vert défectueux, en les examinant au microscope à rayons X.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 71-77, fig., réf.

Pour la normalisation des cafés verts, soit au stade commercial soit au stade de la production, il est indispensable de classer ceux-ci en types standards. Une des plus grandes difficultés de ce classement au laboratoire réside dans la distinction objective et précise du grain défectueux des grains sans défaut.

L'examen visuel est le moyen classique de déceler les différents défauts du café et on sait parfaitement à quelles difficultés et discussions de tous ordres il conduit. Des essais chimiques ont été faits, surtout en Amérique latine, pour distinguer les grains défectueux du café Arabica. Mais nous avons utilisé sans succès ces réactions chimiques, connues sous le nom de « réactions de Calle » sur des cafés Robusta, traités par voie sèche, méthode la plus répandue parmi les producteurs portugais d'outre-mer.

Pour cette raison, nous avons procédé à un premier essai physique, en examinant directement des échantillons de café Robusta d'Angola, sans défaut et avec des défauts bien connus, au microscope à rayons X « General Electric ».

On peut dire, en tant que résultat de cette première contribution à une étude qui devra nécessairement être plus approfondie, qu'on a pu distinguer parfaitement le grain piqué par le *Stephanoderes* et observer que le grain qui a subi une maturation perturbée ou insuffisante — graine immature — a un aspect différent de celui des grains sans défaut, quand on l'a regardé au microscope à rayons X.

On peut croire que, dûment perfectionnée, cette technique très objective permettrait de distinguer dans les échantillons de café vert, sans les détruire, certains de ces défauts.

ESTEVES (A. BAIÃO). — **First experiment to recognize defective raw coffee beans by examining them with a X-ray microscope.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 71-77, fig., réf.

To standardize raw coffees, either at the commercial stage or at the production one, it is necessary to classify them in standard types. One of the greatest difficulties of this classification in the laboratory lies in an objective and exact distinction between the defective beans and the sound ones.

The visual examination is the classical means to detect different defects in coffee and one knows perfectly well to what difficulties and discussions of all kinds it leads up to. Chemical trials were carried out mainly in Latin America, to attempt to distinguish the defective beans of Arabica coffee. But we have used unsuccessfully these chemical reactions (known under the name of « Calle's reactions ») on Robusta coffee, processed by the dry method, the most commonly used among the overseas Portuguese farmers.

For this reason, we made an initial physical trial, by examining directly samples of Angola Robusta coffee not containing and containing well-known defects, with a « General Electric » X-ray microscope.

We can say (as a result of this initial contribution to a study which later on will be necessarily more thorough) that we could perfectly distinguish the bean bored by the *Stephanoderes* and observe that the bean which had undergone a disturbed or insufficient maturation (immature bean) has a different aspect from a coffee bean without defects, when looked at it by means of a X-ray microscope.

We are led to believe that properly perfected, this very objective technique would enable us to detect some of these defects in the samples of raw coffee and without destroying them.

ESTEVES (A. BAIÃO). — **Erster Versuch zur Erkennung fehlerhafter Rohkaffeebohnen durch ihre mikroskopische Prüfung mittels Roentgen Strahlen.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 71-77, fig., réf.

Zur Normung von Rohkaffees im Produktions oder Handelsstadium ist es unerlässlich, sie in Standarttypen einzuteilen.

Eine der grössten Schwierigkeiten einer solchen Einteilung im Labor besteht in der objektiven und genauen Unterscheidung der fehlerhaften Bohne von der einwandfreien Bohne.

Die sensorische Prüfung ist das herkömmliche Mittel um die verschiedenen Fehler des Kaffees nachzuweisen und es ist zu genüge bekannt zu welchen Schwierigkeiten und Diskussionen jeder Art sie führt.

Es wurde namentlich in Lateinamerika versucht, die fehlerhaften Bohnen des Arabica Kaffees auf chemischem Weg festzustellen. Unsere Verwendung dieser unter dem Namen « Calle Reaktionen » bekannten Reaktionen bei Robusta Kaffee, die trocken behandelt wurden, eine bei den portugiesischen Pflanzern geläufige Methode, führte jedoch zu keinem Erfolg.

Wir haben daher erstmalig einen physikalischen Versuch vorgenommen, indem wir fehlerhafte und fehlerlose Kaffeeproben der Robusta aus Angola direkt mit dem Roentgen Mikroskop « General Electric » untersuchten.

Als erstes Ergebnis einer Untersuchung, die notwendigerweise vertieft werden muss, kann gesagt werden, dass die von *Stephanoderes* geschädigte Bohne genau identifiziert werden konnte und dass die in ihrer Reifung gehemmte oder unreife Bohne anders aussieht als die fehlerlose Bohne, wenn man sie durch den Mikroskop unter Roentgen Bestrahlung betrachtet.

Diese sehr objektive Methode dürfte, einmal vervollkommnet, es ermöglichen bei den Rohkaffees gewisse dieser Fehler zu erkennen, ohne die Proben zu zerstören.

ESTEVES (A. BAIÃO). — **Primer ensayo para distinguir los granos de café verde defectuosos, examinándolos con microscopio de rayos X.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 71-77, fig., réf.

Para normalizar los cafés verdes, tanto en la etapa de su producción como en la de su comercio, es indispensable clasificarlos por tipos standard.

Una de las mayores dificultades de esta clasificación en el laboratorio es la distinción, de modo objetivo y preciso, entre granos defectuosos y granos sin defecto. El examen visual es el método clásico para detectar los varios defectos del café y todos sabemos las dificultades y discusiones que suscita.

Se efectuaron ensayos químicos, sobre todo en América Latina, para poder distinguir los granos defectuosos del café Arabica. Pero utilizamos, sin resultados satisfactorios, las reacciones químicas denominadas « reacciones de Calle » con cafés Robusta beneficiados por vía seca que es el método más corriente entre los productores portugueses de las provincias de Ultramar.

Por eso hicimos un primer ensayo físico y examinamos directamente muestras de café Robusta de Angola, sin defecto y con defectos conocidos, con microscopio de rayos X « General Electric ».

Puede decirse, y este resultado debe considerarse como una primera contribución a un estudio que debe profundizarse, que se ha podido distinguir perfectamente el grano perforado por el *Stephanoderes* y notar que un grano cuya maduración ha sido perturbada o insuficiente (grano inmaturo) presenta, cuando se examina con el microscopio de rayos X, un aspecto diferente del de los granos sin defecto.

Puede esperarse que, una vez perfeccionada, esta técnica muy objetiva permitirá distinguir ciertos defectos en los cafés verdes sin destruirlos.

ESTEVES (A. BAIÃO). — **Primeira tentativa para reconhecer o grão defeituoso de café, pelo seu exame num microscópio de raios-X.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 71-77, fig., réf.

Para a normalização do café cru, quer ao nível comercial quer ao da produção, é indispensável classificá-lo em padrões. Uma das maiores dificuldades desta classificação no laboratório reside na distinção objectiva e precisa do grão defeituoso entre o grão sem defeito.

O exame visual é o meio clássico de detectar os diferentes defeitos do café, e sabe-se perfeitamente a que dificuldades e discussões de toda a ordem este processo conduz. Ensaios químicos foram já relizados, sobretudo na América latina, a fim de conseguir distinguir o grão defeituoso do café Arábica. Mas utilizámos sem sucesso estas reacções químicas, conhecidas por « reacções de Calle » nos cafés Robusta, tratados por via seca, o método de preparo de café mais divulgado no ultramar português.

Por tal razão, procedeu-se a um primeiro ensaio físico, examinando directamente as amostras de café Robusta de Angola, sem defeito e com defeitos bem conhecidos, por intermédio de um microscópio de raios-X « General Electric ».

Pode dizer-se, como resultado desta primeira contribuição para um estudo que deverá necessáriamente ser mais profundo, que se pode distinguir perfeitamente o grão furado pelo *Stephanoderes* e observar que o grão que sofreu uma maturação perturbada ou insuficiente — grão imaturo — tem um aspecto diferente do grão sem defeito, quando se observam a um microscópio de raios-X.

Pode crer-se que, devidamente aperfeiçaoda, esta técnica muito objectiva permitiria distinguir, nas amostras de café cru, sem as destruir, alguns dos seus defeitos.

SITUATION RÉGLEMENTAIRE ACTUELLE EN FRANCE DU CAFÉ ET DE SES DÉRIVÉS

R. A. DEHOVE
Service Central de la Répression des Fraudes et du Contrôle de la Qualité, Paris

Si je n'ai pu prendre la parole à l'heure prévue — et je vous prie, Mesdames, Messieurs, de bien vouloir m'en excuser — c'est pour des raisons directement en rapport avec le titre de cet exposé. En effet, le **nouveau texte sur le café**, ses dérivés et ses substituts — dont j'ai eu l'honneur de vous entretenir lors du précédent Colloque — était examiné au Conseil d'Etat, en séance plénière, ce même jour à 15 heures (1).

C'est vous dire que le texte dont il s'agit est en très bonne voie et qu'il m'est donc possible, sans prendre trop de libertés avec la discrétion administrative de rigueur, de vous en indiquer les grandes lignes.

Tout comme par le précédent décret, en date du 7 octobre 1932, la dénomination « café » est réservée à la graine saine du caféier. Mais une des nouveautés du texte actuel est de ne pas permettre d'employer cette dénomination si le café vert, ou le café torréfié, renferme un nombre de défauts supérieur à une certaine valeur. Ceci revient à dire que nous ne désirons pas voir importer en France, sous le nom de « café », des produits appelés parfois « cafés de bas classement » ou des résidus de triage, dont le nombre de défauts est supérieur au maximum admissible, de même que nous ne désirons pas voir introduire dans les cafés verts, avant torréfaction, ces produits indésirables dont, jusqu'à présent, il n'a pu être justifié d'aucune utilisation légitime.

Je me permets d'insister tout particulièrement sur ce point et d'appeler donc votre attention sur le fait que cette disposition n'est rendue possible, économiquement parlant, que parce que le café est un produit agricole qui n'est pas d'origine française ; il n'y a donc

(1) Ce texte a fait l'objet du décret n° 65.763, daté du 3 septembre 1965 et publié dans le Journal Officiel du 9 septembre.



pas lieu de s'inquiéter de l'écoulement des qualités dont le niveau n'atteint pas un seuil donné.

A ce propos, puis-je suggérer l'idée qu'un accord soit réalisé par certains pays consommateurs non producteurs, notamment ceux du Marché Commun, afin de déterminer la qualité minimum des cafés qu'ils désirent voir importer et qu'ils en fassent part aux pays producteurs.

Les cafés torréfiés ont été dotés de caractéristiques telles que, si on procède à la torréfaction de café vert tel qu'il est défini, on obtiendra un café torréfié qui sera conforme aux règles imposées.

Je me plais à rappeler que ces définitions cohérentes du café vert et du café torréfié ont pu être élaborées grâce aux travaux effectués par le laboratoire de technologie de l'Institut français du Café et du Cacao et que l'application des règles établies par le nouveau texte

s'est trouvée justifiée dans plus de 90 pour 100 des cas.

Il ne faut pas oublier à ce sujet que les poursuites intentées à la suite de prélèvements et d'analyses effectués par le Service de la Répression des Fraudes et du Contrôle de la Qualité ne sont déclanchées que si la non-conformité avec les règles établies est flagrante. D'autre part, l'intéressé peut toujours demander une expertise contradictoire et il n'y a donc aucune possibilité de voir un commerçant honnête subir les rigueurs de la répression d'une façon injuste.

Puis-je rappeler aussi que des caractéristiques spéciales et des conditions particulières de commercialisation seront exigées des cafés pour lesquels il sera fait état d'une mention de supériorité de qualité. Evidemment, les critères proposés sont toujours d'ordre objectif tant qu'il n'existe pas d'appareils permettant de chiffrer les qualités organoleptiques, mais il y a lieu de signaler dans ce domaine que la dégustation selon une méthode conventionnelle certes, mais qui a conduit jusqu'à présent à de très bons résultats, peut donner une idée très convenable des qualités à la tasse.

Comme en matière de vins, par exemple, il n'est d'ailleurs nullement exclu que les laboratoires officiels fassent appel à des experts dégustateurs de café-boisson afin d'étayer, voire d'orienter, les résultats donnés par l'examen chimique et physique. La détermination des mauvais goûts et des mauvaises odeurs ne doit pas donner matière à controverses sérieuses.

Je n'ai rien de spécial à ajouter, qui n'ait déjà été dit, en ce qui concerne le café moulu et les extraits de café liquides et en poudre soluble, mais je crois nécessaire de rappeler cependant qu'en matière de café-boisson, les chiffres minima fixés ne sont nullement des teneurs moyennes — ce qui ne manquerait pas de soulever des protestations de la part du Comité français du café — mais des seuils minima au-dessous desquels la boisson obtenue ne peut plus prétendre à l'appellation de « café ».

Si cette appellation a été maintenue pour des boissons obtenues à partir de café auquel il est toléré d'ajouter 10 pour 100 au plus de chicorée, c'est surtout pour des raisons économiques, notamment parce que la chicorée, contrairement au café, est une denrée de production française.

En matière d'étiquetage, il a été tenu compte des usages maintenant en vigueur à Bruxelles dans le cadre de l'harmonisation des législations ; il est en effet habituel de s'opposer, par l'obligation de l'indication du nom et de l'adresse du fabricant, ou, à la rigueur, d'un vendeur, à l'anonymat des marchandises commercialisées, ce qui incite souvent à présenter une qualité moindre ou même à commettre des incorrections.

Un mot encore en ce qui concerne la normalisation des poids.

Vous savez que celle-ci était souhaitée, notamment en matière de cafés torréfiés, en plus de l'indication du poids net en caractères apparents, visibles en même temps que la dénomination de vente, c'est-à-dire, dans le cas général, inscrits sur la face principale ; c'est souvent le cas actuellement de voir cette inscription faite sur le fond du sac, ou, verticalement, sur une face latérale. Cela ne doit plus être.

Les délais qui sont prévus pour l'application de cette mesure paraissent suffisamment larges pour ne pas amener de perturbations majeures dans le commerce de ce produit.

Précisons que les poids sont libres jusqu'à 100 g inclus, mais qu'ils sont ensuite limités aux valeurs suivantes : 125 g, 250 g, 500 g et multiples de 500 g ; en outre cette limitation des poids s'applique, non seulement aux cafés torréfiés en grains, mais également aux cafés verts, aux cafés décaféinés et aux cafés moulus, lorsque ces produits sont contenus dans des emballages préparés pour la vente au détail.

On trouvera en annexe les définitions du café vert, du café torréfié, des cafés dits « supérieurs », du café moulu, des cafés décaféinés, des extraits, des cafés-boissons, des succédanés torréfiés ainsi que les règles d'étiquetage proposées, accompagnées des projets de barême des définitions et de calcul des défauts qui sont à la base du prochain décret.

Je ne voudrais pas terminer sans préciser que ce texte a été établi après consultation d'un groupe de travail comprenant les représentants des départements ministériels compétents, des représentants des organisations professionnelles intéressées et des experts qualifiés.

ANNEXE

Définition des cafés verts

La dénomination « café vert » (ou « café brut ») devrait être réservée aux graines (fèves) saines et entières, issues des fruits des plantes du genre *Coffea*, débarrassées de leur parche et, au moins partiellement, de la pellicule argentée.

En outre ces cafés devraient :

1° appartenir à l'une des espèces suivantes :

Coffea arabica (arabica), *Coffea canephora* (robusta et kouillou), *Coffea liberica* (liberia), *Coffea Dewevrei* var. *excelsa* (excelsa), *Coffea abeokutae* (indenié) et autres espèces cultivées du genre *Coffea* ;

2° *a*) n'avoir subi aucun retranchement de leurs principes constituants ni aucune altération ou contamination, notamment par pourriture ou moisissure ;

b) ne dégager aucune odeur mauvaise ou étrangère au café, notamment par la présence de fèves puantes. Par fèves puantes, on entend les fèves qui, à la coupe récente, dégagent une odeur désagréable, souvent putride ou rhumée ; ces fèves peuvent être de teinte havane ou brunâtre, quelquefois d'aspect cireux ;

3° *a*) ne pas contenir de pierres et autres matières étrangères au café en quantité supérieure à 0,5 pour 100.

b) ne pas contenir de fèves défectueuses en quantité supérieure à celle correspondant, pour un échantillon de 300 g, à 120 défauts (1) ;

4° être retenus à la passoire à trous ronds de 4,76 mm de diamètre (crible n° 12) avec une tolérance de 6 pour 100 de grains traversant cette passoire, mais retenus par celle à trous ronds de 3,97 mm de diamètre (crible n° 10) ;

5° être constitués de fèves d'une seule espèce botanique. Cette disposition ne concerne pas la vente directe à la torréfaction, à la décaféination ou à la consommation ;

6° ne pas avoir une teneur en eau supérieure à 12,5 pour 100.

Le nombre des défauts dûs à la présence de fèves noires, de fèves en cerises, de brisures ou de fèves piquées ne pourrait être supérieur à :

— 5 défauts en fèves noires (2)
— 5 défauts en fèves en cerises
— 15 défauts en brisures
— 15 défauts en fèves piquées ou scolytées.

Définition des cafés torréfiés

En ce qui concerne les cafés torréfiés, la dénomination « café » devrait être réservée au produit résultant de la torréfaction de café vert et n'ayant subi aucun retranchement de ses principes constituants.

En outre, ces cafés devraient :

1° ne dégager aucune mauvaise odeur et ne présenter aucun mauvais goût, notamment par suite de la présence de fèves puantes ;

2° *a*) ne pas contenir de pierres et autres matières étrangères au café en quantité supérieure à 0,2 pour 100 ;

b) ne pas contenir de fèves torréfiées défectueuses en quantité supérieure :

— soit, en poids, à 8 pour 100 (3),
— soit, en nombre, à celle correspondant, pour un échantillon de 100 g, à 40 défauts (3).

Que la quantité soit fixée en nombre ou en pourcentage pondéral, le nombre des défauts dûs à la présence de fèves noires ou carbonisées ou à la présence de brisures, ne peut être supérieur à :

— 3 défauts en fèves noires ou carbonisées (4),
— 3 défauts en brisures totales ;

3° ne pas avoir une teneur en eau supérieure à 5 pour 100 ;

4° ne pas contenir plus de 2 pour 100 de matières d'enrobage.

Définition des cafés torréfiés dits supérieurs

L'emploi de toute indication évoquant une supériorité de qualité ne pourrait être fait que lorsqu'il s'agit de cafés torréfiés répondant aux caractéristiques ci-après et dont la date de torréfaction est portée sur l'étiquette ou sur l'emballage. Toutefois cette date pourrait être remplacée par la date limite de vente au consommateur dans des conditions fixées.

Outre les conditions fixées pour les cafés torréfiés, les cafés dits « supérieurs » devraient :

1° ne pas contenir de fèves en cerises ;

2° ne pas contenir de fèves défectueuses en quantité supérieure :

— soit, en poids, à 2 pour 100,
— soit, en nombre, à celle correspondant, pour un échantillon de 100 g, à 10 défauts ;

3° être totalement débarrassés des pierres et autres matières étrangères ;

4° ne pas avoir une teneur en eau supérieure à 3 pour 100 ;

5° ne pas contenir plus de 1 pour 100 de matières d'enrobage autorisées ;

6° être vendus en emballages étanches.

Définition du café moulu

La dénomination « café moulu » devrait être réservée au produit obtenu par mouture du café torréfié tel qu'il est défini. Ce produit devrait être introduit dès la mouture dans des emballages étanches ; sa teneur en eau ne devrait pas être supérieure à 5 pour 100.

(1) Ce chiffre serait fixé provisoirement à 180 jusqu'à ce que les pays producteurs d'Afrique francophone puissent n'exporter que des cafés de classement suffisamment élevé.

(2) Provisoirement ce chiffre serait fixé à 8.

(3) Provisoirement ces chiffres seraient fixés à 12 % en poids et à 60 en nombre.

(4) Provisoirement ce chiffre serait fixé à 5.

Définition des cafés décaféinés

La dénomination « café vert décaféiné » devrait être réservée au produit résultant de l'élimination de caféine du café vert et ne contenant pas plus de 0,09 pour 100 en poids de caféine anhydre par rapport au produit supposé sec.

La dénomination « café décaféiné » devrait être réservée au produit résultant, soit de l'élimination de caféine du café torréfié, soit de la torréfaction de café vert décaféiné, et ne contenant pas plus de 0,1 pour 100 en poids de caféine anhydre par rapport au produit supposé sec.

Définition des extraits de café, liquides et en poudre

La dénomination « extrait de café liquide » devrait être réservée au produit obtenu par épuisement du café torréfié par l'eau potable et renfermant exclusivement les principes solubles, sapides et aromatiques du café.

En ce qui concerne les extraits de café en poudre soluble :

1° la dénomination « extrait de café en poudre soluble » ou « café soluble » devrait être réservée au produit sec soluble résultant de l'épuisement du café torréfié par l'eau potable et renfermant exclusivement les principes solubles, sapides et aromatiques du café.

Selon l'accord international la quantité de café vert mis en œuvre ne doit pas être inférieure à trois fois la quantité d'extrait en poudre soluble obtenu ;

2° la dénomination « extrait de café décaféiné en poudre soluble » ou « café soluble décaféiné » devrait être réservée à l'extrait défini à l'alinéa précédent, ne contenant plus, après décaféination, que 0,3 pour 100 en poids au maximum de caféine anhydre par rapport au produit supposé sec.

La teneur en eau des extraits en poudre soluble, décaféinés ou non, ne devrait pas être supérieure à 3,5 pour 100.

Définition des cafés boissons

En ce qui concerne les boissons :

1° la dénomination « café » devrait être réservée à la boisson obtenue à partir d'eau potable et de café torréfié ; la quantité de café mis en œuvre ne devrait pas être inférieure à une quantité à fixer ;

2° la dénomination « café décaféiné » devrait être réservée à la boisson obtenue à partir d'eau potable et de café torréfié décaféiné.

S'il s'agit de boissons obtenues à partir d'extraits de café tels qu'ils sont définis leur dénomination devrait être suivant le cas : « café instantané » ou « café instantané décaféiné ».

Etiquetage

Les cafés verts ou torréfiés, décaféinés ou non, le café moulu et les extraits de café liquide ou en poudre ne devraient être mis en vente que s'ils comportent en caractères apparents, soit sur l'emballage, soit sur une étiquette fixée à cet emballage, les indications suivantes :

1° la dénomination de vente telle que prévue, accompagnée le cas échéant des qualificatifs et mentions obligatoires, le tout en caractères identiques ;

2° le nom et l'adresse du fabricant ou du vendeur ;

3° l'indication du poids net ou, en cas d'impossibilité, du poids brut et de la tare ; l'indication du poids net pourrait être remplacée par l'indication du volume net lorsqu'il s'agit de produits liquides ;

4° En ce qui concerne les cafés verts seulement :

a) le nom du pays d'origine,

b) le nom de l'espèce ou de la variété botanique, s'il s'agit d'une seule espèce ou d'une seule variété.

Ces dispositions ne s'appliqueraient pas aux lots de cafés verts vendus dans leur emballage d'origine tant qu'ils seraient accompagnés du certificat d'origine qui est prévu à l'article 44 de l'accord international de 1962 sur le café, publié par le décret n° 63-1022 du 10 octobre 1963.

Etiquetage des succédanés

Selon la loi française, conformément aux dispositions de l'article 4 de la loi du 1er août 1905, modifiée par l'article 3 de la loi du 28 juillet 1912, les produits et mélanges succédanés destinés à la préparation d'une boisson rappelant celle dénommée café ne peuvent être détenus en vue de la vente, mis en vente ou vendus que dans des emballages munis d'une étiquette portant en caractères apparents :

1° la dénomination du produit ;

a) s'il s'agit d'un produit unique, celle-ci doit indiquer la véritable nature du produit, accompagnée du qualificatif « torréfié ».

b) s'il s'agit d'un mélange, la dénomination doit être « succédanés torréfiés » ou « extrait de succédanés torréfiés » selon le cas, ou toute autre dénomination de nature à éviter une confusion dans l'esprit de l'acheteur avec le café torréfié ou les extraits de café ;

2° s'il s'agit d'un mélange, l'indication de la composition, par la liste des constituants, inscrits par ordre d'importance pondérale décroissante ;

3° l'indication du poids net ou, en cas d'impossibilité, du poids brut et de la tare ; l'indication du poids net peut être remplacée par l'indication du volume net lorsqu'il s'agit de produits liquides.

DEHOVE (R. A.). — **Situation réglementaire actuelle en France du café et de ses dérivés.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 78-83.

La réglementation établie par le décret du 7 octobre 1932 ne répond plus à l'évolution économique et commerciale de ce marché depuis trente ans, ni à la situation créée par l'accession des anciens territoires d'outre-mer à l'indépendance.

Le café vert, en particulier, n'est réglementé que par le décret du 2 juillet 1948, tombé d'ailleurs pratiquement en désuétude du fait de son champ d'application restreint aux territoires d'outre-mer actuellement très limités.

Aussi, un texte nouveau, dont il a déjà été question lors du 1er Colloque, verra-t-il le jour prochainement en France.

L'auteur expose les divers problèmes auxquels cette réglementation doit apporter une solution, tant en ce qui concerne la loyauté de la concurrence que la protection du consommateur.

Par ailleurs, il explique que ce texte, tout en tenant compte des dispositions de l'Accord international de 1962 sur le café, a été conçu pour ne pas apporter d'entraves *a priori* à une éventuelle harmonisation des législations dans le cadre de la Communauté Economique Européenne.

DEHOVE (R. A.). — **The present day situation of the French regulations governing coffee and its derivatives.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 78-83.

The regulations resulting from the October 7th 1932 decree no longer meet the economical and commercial evolution of he coffee market nor the situation created by the accession to independance of the former French overseas territories.

Green coffee, in particular, is controlled only by the decree of July 2nd 1948 which is practically no longer enforced since its application is now restricted to the French overseas territories, nowadays much reduced in number.

Consequently a new text, which had already been discussed at the First Symposium in 1963, will soon be produced in France.

In the present paper the different problems concerning fair competition as well as consumers' protection which should be resolved by the new regulations, are examined.

Moreover it is explained that this text, though taking into account the dispositions of the 1962 international coffee agreement, has been elaborated in order not to hinder a possible harmonization of the regulations within the frame of the European Economic Community.

DEHOVE (R. A.). — **Gegenwärtiger Stand der Reglementierung des Kaffees und seiner Derivate in Frankreich.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 78-83.

Die durch Dekret vom 7. Oktober 1932 eingeführte Reglementierung entspricht nicht mehr der wirtschaftlichen und Handelsentwicklung des Kaffeemarktes seit dreissig Jahren noch der durch die Unabhängigkeit der ehemaligen französischen Überseegebiete geschaffenen Lage.

Der Rohkaffee namentlich unterliegt nur noch dem Dekret vom 2. Juli 1948, das übrigens praktisch ausser Gebrauch gekommen ist, nachdem sein Anwendungsbereich sich nunmehr auf einige Überseegebiete beschränkt.

Eine neue Gesetzgebung, von der schon die Rede anlässlich des 1. Kolloquiums war, wird daher demnächst in Frankreich veröffentlich werden.

Der Autor legt die verschiedenen Probleme dar, denen diese Reglementierung eine Lösung geben soll und zwar sowohl was die Ehrlichkeit der Konkurrenz wie auch den Schutz des Verbrauchers betrifft.

Er weist im übrigen darauf hin, dass dieser Text den Verfügungen des internationalen Abkommens von 1962 über den Kaffee Rechnung trägt, und dass er nicht *a priori* eine eventuelle Harmonisierung der Gesetzgebung im Rahmen des Gemeinsamen Marktes behindert.

DEHOVE (R. A.). — **Situación actual de la reglamentación de los cafés y productos derivados en Francia.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 78-83.

La reglamentación establecida por el decreto del 7 de octubre de 1932 no responde ya a la evolución económica y comercial de este mercado desde hace treinta años y tampoco a la situación creada por la accesión a la independencia de los antiguos territorios de Ultramar.

Especialmente el café verde, está reglamentado solamente por el decreto del 2 de julio de 1948 que, además, ha caído en desuso prácticamente por hallarse limitado su campo de aplicación a los territorios de Ultramar cuya área se ha reducido mucho.

Por eso, dentro de poco ha de publicarse en Francia una reglamentación nueva de la cual se habló ya durante el primer Coloquio.

El autor presenta los varios problemas que dicha reglamentación debe resolver, tanto en lo tocante a la lealtad de la competición como a la protección del consumidor.

Explica además que el nuevo texto, teniendo a más en cuenta las disposiciones de la Convención internacional de 1962 sobre el café no entiende poner obstáculos, *a priori*, a una posible harmonización de las legislaciones en los países del Mercado Común.

DEHOVE (R. A.). — **Situação actual da regulamentação dos cafés e dos seus derivados, em França.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 78-83.

A regulamentação estabelecida pelo decreto de 7 de Outubro de 1932 já não acompanha a evolução económica e comercial do mercado, no decurso destes trinta anos, nem a situação criada pelo acesso dos antigos territórios do Ultramar à independência.

O café cru, em particular, só está regulamentado pelo decreto de 2 de Julho de 1948, aliás pràticamente caído em desuso, uma vez que é actualmente muito limitado o seu campo de aplicação aos territórios do Ultramar.

Assim, aparecerá muito brevemente em França um novo texto, do qual já se tratou no 1º colóquio.

O autor expõe os diversos problemas a que este regulamento deve trazer solução, tanto no que se refere à lealdade da concorrência, como à protecção do consumidor.

Por outro lado, explica que este texto, tendo em conta as disposições do Acordo Internacional de 1962 sobre café foi concebido para não causar entraves, *a priori* a, uma eventual harmonização dos textos legais no âmbito da Comunidade Económica Europeia.



M. TRIBOULET s'entretient avec M. COSTE au cours d'une interruption de séance



LE CAFÉ ET LA NORMALISATION

J. DUVAL
Association Française de Normalisation, Paris

Monsieur le Président,

Mesdames, Messieurs,

Quel but se propose la normalisation ? De rendre service. Et comment peut-on le mieux y arriver si ce n'est en facilitant au maximum les échanges de pensée et de produits entre les hommes, en diminuant en particulier le plus possible les contestations, malentendus et conflits de toutes sortes ?

Par principe la normalisation internationale s'impose d'autant plus pour un produit, qu'il fait l'objet d'échanges commerciaux plus importants entre des pays plus nombreux et plus lointains.

Le café satisfait particulièrement à cette condition ; c'est pourquoi il est logique que le Comité I.S.O./TC 34 « Produits agricoles alimentaires » (*) ait constitué dans son sein, à Paris en juin 1962, un **sous-comité chargé de la normalisation dans le domaine des stimulants,** notamment le café.

Son secrétariat est assuré par le comité national de normalisation de l'Inde (I.S.I.). Il compte à l'heure actuelle onze membres participants P et onze membres observateurs O, à savoir :

(*) I. S. O. — Organisation internationale de normalisation.

Membres participants :

Argentine, Belgique, Brésil, France, Hongrie, Inde (secrétariat), Israël, Pakistan, République arabe unie, Royaume-Uni, Turquie.

Membres observateurs :

Afrique du Sud, Allemange, Australie, Bulgarie, Irlande, Nouvelle-Zélande, Pays-Bas, Pologne, Roumanie, Tchécoslovaquie, Venezuela, Yougoslavie.

Les premières tâches à accomplir sont :

1° **Définir son activité**

La première réunion de ce sous-comité, tenue à la Nouvelle-Delhi le 12 novembre 1964 dans le cadre des réunions ayant eu lieu dans cette ville à l'occasion de l'Assemblée générale de l'I.S.O., a vu la participation de quarante-et-un délégués appartenant à treize pays.

Son domaine d'activité a été défini comme comprenant les stimulants et leurs principaux produits dérivés. Son titre est « stimulants » en français et « stimulant foods » en anglais.

Les principales têtes de chapitre du programme de travail adopté sont :

— Echantillonnage et méthodes d'essai (sur la proposition de la Hongrie).

— Spécifications (sur la proposition de l'Inde).

Dans ce chapitre la France a fait inclure la classification des cafés Canephora.

— Emballage (sur la proposition de l'Allemagne).

2° **Organiser des relations étroites** et suivies avec les pays producteurs dont les avis ont une valeur essentielle pour le travail à effectuer. En effet, une normalisation internationale a d'autant plus de chances de donner lieu à une application sérieuse et étendue, qu'elle repose sur une base d'acceptation plus large. Les pays sont de moins en moins disposés à se laisser imposer des décisions prises par un groupe réduit et fermé. Dans cet esprit :

a) Il fut décidé à la Nouvelle-Delhi de constituer un **groupe de travail** pour étudier les divers problèmes propres au café et son secrétariat fut attribué à l'Argentine. Celle-ci assurant par ailleurs le secrétariat du comité panaméricain de normalisation, la participation des pays producteurs de café de cette région aux études envisagées est certaine. Une des premières tâches sera de leur soumettre, par l'entremise de ce groupe de travail, pour examen, toutes observations et propositions éventuelles, en particulier les méthodes d'essais dont la normalisation est prévue, et naturellement en premier lieu celles étudiées par la commission spécialisée du présent colloque.

b) A l'initiative du secrétariat hongrois du comité plénier I.S.O./TC 34 et du secrétariat indien du sous-comité « stimulants », les pays producteurs africains seront invités à désigner des experts ; ceux-ci, jusqu'à ce que ces pays aient constitué dans leur sein un organisme national de normalisation, et aient pu, par son intermédiaire, adhérer à l'I.S.O., pourront être invités aux réunions I.S.O. et le Président de séance pourra les prier de participer aux travaux avec voix consultative.

3° **Organiser la coordination de tous les efforts**, aussi bien lors de l'étude des textes soumis à la normalisation internationale que lorsque viendra le moment de passer à leur application.

C'est pourquoi la création, à l'issue de ce colloque, d'une Association scientifique internationale, dont le rôle principal serait de rassembler sur le plan professionnel les principaux intéressés au café de tous les pays, est une initiative hautement louable. Cette Association pourrait apporter à l'I.S.O., l'organisme international de normalisation, une collaboration précieuse. Ce travail d'équipe, comme il en existe d'autres exemples excellents dans des domaines professionnels très divers, permettrait aux travaux de progresser plus rapidement et plus sûrement dans l'intérêt de tous.

Note — Un autre groupe de travail a été constitué pour l'étude du thé et son secrétariat confié au Royaume-Uni.

La France a été chargée de présenter une classification des cacaos, tenant compte des études déjà faites par la F. A. O.

DUVAL (J.). — **Le café et la normalisation.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 84-87.

Par principe, la normalisation internationale s'impose d'autant plus pour un produit, qu'il fait l'objet d'échanges commerciaux plus importants et cela entre des pays plus nombreux et plus lointains.

Le café satisfait particulièrement à cette condition ; aussi a-t-on constitué au sein du Comité I. S. O./TC 34 « Produits agricoles alimentaires », un sous-comité chargé de la normalisation dans le domaine des stimulants, notamment le café.

Son secrétariat est assuré par le comité national de normalisation de l'Inde (I. S. I.).

Les premières tâches à accomplir sont :

1° Etablir un programme de travail.

La première réunion tenue à la Nouvelle-Delhi le 12 novembre 1964 a prévu les études suivantes :

— échantillonnage et méthodes d'essai,
— emballage,
— spécifications.

2° Organiser des relations étroites et suivies avec les pays producteurs.

Dans cet esprit :

a) Il fut décidé à la Nouvelle-Delhi de constituer un groupe de travail pour étudier les divers problèmes propres au café et son secrétariat fut attribué à l'Argentine, qui assure par ailleurs le secrétariat du comité panaméricain de normalisation.

b) Les pays producteurs africains seront invités à désigner des experts ; ceux-ci, jusqu'à ce que ces pays aient constitué dans leur sein un organisme national de normalisation, et aient pu, par son intermédiaire, adhérer à l'I. S. O., pourront être invités à participer aux travaux avec voix consultative.

3° Organiser la coordination de tous les efforts, aussi bien lors de l'étude des textes soumis à la normalisation internationale que lorsque viendra le moment de passer à leur application.

Une Association scientifique internationale sur le café pourrait apporter à l'I. S. O., l'organisme international de normalisation, une collaboration précieuse.

DUVAL (J.). — **Coffee and its standardization.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 84-87.

On principle the international standardization is all the more imperative for a product which is subjected to commercial exchanges in important quantities between numerous and remote countries.

Coffee fulfills particularly well this condition ; therefore a subcommittee in charge of standardization in the field of stimulants, especially coffee, was set up within the framework of the I. S. O./TC 34 Committee of « Alimentary agricultural products ».

Its secretariat is in the hands of the Indian National Standardization Institution (I. S. I.).

The first tasks to be carried out are :

1° To establish a programme of work.

The first meeting held in New Delhi on the 12th November 1964 proposed the following investigations :

— sampling and test methods,
— packing,
— specifications.

2° To organize close and maintained relations with producing countries :

a) It was decided in New Delhi to set up a work group in order to study the various problems peculiar to coffee and its secretariat was assigned to the Argentine. This country also has control of the secretariat of the pan-american standardization Committee.

b) The African producing countries will be invited to appoint experts ; the latter could be invited to take part in the work in an advisory capacity, until the setting up of a national standardization institution in their countries would have enabled them to join the I. S. O.

3° To organize the coordination of the united efforts, during the study of the texts submitted to the international standardization as well as when the time comes to apply them.

An International Scientific Association on coffee could bring a valuable collaboration to the I. S. O., the International Standardization Organization.

DUVAL (J.). — **Der Kaffee und die Normung.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 84-87.

Je mehr ein Produkt zum Handelsobjekt zwischen immer zahlreicheren und entfernteren Ländern wird, desto mehr empfiehlt sich grundsätzlich seine internationale Normung.

Der Kaffee entspricht ganz besonders diesen Bedingungen ; daher wurde innerhalb des Komitees I. S. O./TC 34« Landwirtschaftliche Nährungsmittel » ein mit der Normung auf dem Gebiet der stimulierenden Mittel, namentlich des Kaffees, beauftragter Unterausschuss gebildet.

Sein Sekretariat wird vom indischen Nationalausschuss für Normung (I. S. I.) ausgeübt.

Folgende erste Aufgaben fallen dem Unterausschuss zu :

1° Die Ausarbeitung eines Arbeitsprogramms.

Bei der ersten Arbeitssitzung am 12. November 1964 in New Delhi wurde die Prüfung folgender Themen vorgesehen :

— Stichprobeentnahme und Versuchsmethode,
— Verpackung,
— Spezifizierung.

2° Die Errichtung enger und dauernder Beziehungen mit den Erzeugerländern.

In diesem Sinne :

a) Wurde in New Delhi die Schaffung einer Arbeitsgruppe zur Prüfung der dem Kaffee eigenen Probleme beschlossen und ihr Sekretariat wurde Argentinien anvertraut, das übrigens schon das Sekretariat des panamerikanischen Normungsausschusses leitet.

b) Werden die afrikanischen Erzeugerländer aufgefordert, Sachverständige zu ernennen ; bis diese Länder ihren eigenen Normungsausschuss gebildet haben werden und durch seine Vermittlung dem I. S. O. beigetreten sein werden, können die Sachverständigen an den Sitzungen mit beratender Stimme teilnehmen.

3° Koordination aller Bemühungen sowohl bei der Prüfung der internationalen Normung unterbreiteten Texte wie bei deren späteren Anwendung.

Eine internationale wissenschaftliche Vereinigung für den Kaffee könnte der internationalen Organisation für Normung eine wertvolle Unterstützung gewähren.

DUVAL (J.). — **El café y la normalización.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 84-87.

En principio, la normalización internacional, para un producto, es tanto más necesaria cuanto dicho producto es objeto de negociaciones comerciales más importantes y sobre todo si en dichas negociaciones participan países numerosos y lejanos.

El café responde especialmente a esta condición ; por eso fué constituido dentro del Comité I. S. O./TC 34 « Productos agrícolas alimenticios », un subcomité encargado de la normalización en el campo de los estimulantes, especialmente del café.

Al comité nacional de normalización de la India (I. S. I.) se confió la secretaría de dicho subcomité. Sus primeras actividades deben ser :

1º Establecer un programa de trabajo.

La primera reunión que tuvo lugar en Nueva Delhi el 12 de noviembre de 1964 ha previsto los estudios siguientes :

— muestreo y métodos de ensayo,

— embalaje,

— especificaciones.

2º Organizar relaciones estrechas y duraderas con los países productores.

Para alcanzar dichos fines :

a) En Nueva Delhi se decidió constituir un grupo de trabajo para estudiar los problemas propios del café y se encargo a la República Argentina de su secretaria ; debe observarse además que dicho país ha recibido el encargo de la secretaría del comité panamericano de normalización.

b) A los países productores africanos se pedirá que designen péritos ; hasta la constitución en cada país de un organismo nacional de normalización mediante el cual podrán adherir al I. S. O., los péritos se podrán invitar a tomar parte en los trabajos con voto consultativo.

3º Coordinar todos los esfuerzos tanto durante el estudio de los textos sujetos a la normalización internacional como en el momento de su aplicación.

Una Asociación científica internacional sobre el café podría prestar una cooperación preciosa al I. S. O.

DUVAL (J.). — **O café e a normalização.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 84-87.

Por princípio, a normalização internacional impõe-se, tanto mais quanto um dado produto for objecto de intensas trocas comerciais, e esta necessidade impõe-se ainda mais se os países nelas envolvidos forem bastante numerosos e estiverem bastante afastados uns dos outros.

O café satisfaz particularmente tais condições. Assim, constitui-se no seio da comissão I. S. O./TC 34 « Produtos agrícolas alimentares » una sub-comissão encarregada da normalização, no domínio dos estimulantes, especialmente do café. O seu secretariado é assegurado pela comissão nacional de normalização da Índia (I. S. I.).

As primeiras tarefas a realizar são :

1º Estabelecer um programa de trabalho.

A primeira reunião efectuada em Nova Deli, em 12 de Novembro de 1964, previu os seguintes estudos :

— amostragem e métodos de ensaio,

— embalagem,

— especificação.

2º Organizar estreitas e frequentes relações entre os países produtores. Dentro deste espírito :

a) Foi decidido em Nova Deli constituir-se um grupo de trabalho para estudar os diversos problemas próprios do café e o seu secretariado foi atribuído à Argentina que aliás detém também o secretariado da comissão pan-americana de normalização ;

b) Os países produtores africanos serão convidados a designar os seus especialistas ; isto até que estes países tenham constituído no seu seio um organismo nacional de normalização e tenham conseguido por seu intermédio, aderir à I. S. O., podendo ser convidados a participar nos trabalhos com voz consultiva.

3º Organizar a coordenação de todos os esforços, bem como do estudo dos textos submetidos à normalização internacional, quando chegar o momento da sua aplicação.

Uma associação científica internacional sobre o café poderia levar à I. S. O., o organismo internacional de normalização, uma colaboração preciosa.

BIBLIOGRAPHIE DU CAFÉ, 1963

Hélia T. CIDADE

Missão de estudos agronomicos do ultramar, Lisboa



Au cours du premier Colloque, qui eut lieu en mai 1963, une commission de Documentation, Réglementation et Normalisation a été créée sous la présidence de M. BAIÃO ESTEVES, ayant pour but, entre autres, de réunir la documentation sur la chimie des cafés verts, torréfiés et leurs dérivés et de regrouper les règlements et les normes concernant ces produits.

Depuis 1960 est mise au point et publiée une bibliographie sur le café, qui prétend réunir toute l'information dispersée dans les revues internationales où paraissent des études sur le café. Cette bibliographie était destinée, au début, à informer les techniciens et les agriculteurs portugais d'outre-mer. Plus tard, elle rendit aussi service aux chercheurs d'Amérique latine, et surtout à ceux du Brésil.

Les bibliographies de 1960, 1961, 1962 sont déjà publiées. Celle de 1963 est présentée actuellement au cours de cette session du second Colloque.

La recherche bibliographique qui est à l'origine de ce travail s'est faite en dépouillant des revues et en réunissant des analyses dispersées dans plusieurs publications dont la liste est mentionnée dans le recueil.

Certains articles de caractère économique, d'intérêt passager, et quelques-uns de vulgarisation ont été supprimés.

D'autres ayant des caractéristiques semblables ont été cependant inclus. Il faut penser aux différents niveaux de formation des personnes à qui cette bibliographie s'adresse.

Aussi a-t-on réuni 895 références bibliographiques et les résumés de 371 articles, parus dans 101 périodiques, rédigés en six langues différentes provenant de 26 pays.

Nous avions l'intention d'inclure, en annexe, les versions anglaise et française des analyses des 180 articles présentant le plus d'intérêt, publiés en 1962 et 1963. Bien que les traductions aient été faites, il n'est pas encore possible de les publier.

Le classement utilise 212 rubriques de la Classification Décimale Universelle et cherche à faire ressortir des études analysées, les sujets les plus intéressants. Quoique le résumé analytique ne paraisse que sous une seule rubrique, une fiche signalétique, classée à différentes autres rubriques, y renvoie le lecteur.

La bibliographie comprend une table alphabétique des matières en portugais, français et anglais, une table d'auteurs et la liste des revues dépouillées.

Nous sommes conscients des insuffisances de ce travail et nous savons qu'il n'arrivera pas à satisfaire tous les besoins d'information dans ce domaine. Sa publication sera toujours inévitablement en retard et il y aura toujours à vaincre la difficulté de la langue dans laquelle il est publié.

La collaboration d'organismes d'autres pays serait très utile surtout en ce qui concerne d'une part les articles écrits en hollandais, allemand, russe, etc., et d'autre part la traduction des analyses déjà publiées.

DISCUSSION

M. BAIÃO ESTEVES : Après le premier colloque il n'a pas été nettement décidé quelle commission serait chargée de rassembler la bibliographie se rapportant aux matières intéressant les différentes commissions. Notre commission a commencé à faire une collecte des principales références qui se rapportent aux questions de chimie, de technologie du café. C'est cette bibliographie que Mme CIDADE vient de présenter ; mais pour l'avenir, il faudrait que les différentes commissions décident si elles veulent faire leurs propres recherches bibliographiques ou si elles veulent charger une commission de ce travail.

M. LEVENSON : Does the coffee bibliography work take into account similar work which may be in progress at the Instituto Interamericano de Ciencias Agricolas at Turrialba, Costa Rica ?

— Mme CIDADE : Vous connaissez tous certainement la bibliographie de Turrialba ; c'est une bibliographie signalétique, ne comportant pas d'analyses et ne signalant que les ouvrages possédés par la bibliothèque de l'Institut. De plus, la dernière édition de cette bibliographie, qui vient de sortir, se réfère à l'année 1962. La bibliographie que je vous ai présentée est donc plus complète que celle de Turrialba et est une bibliographie analytique.

M. COSTE : Je tiens d'abord à remercier Mme Helia CIDADE pour le travail qu'elle a fait. Nous avions au premier colloque attaché beaucoup d'importance au rassemblement d'une bibliographie scientifique sur le café. C'est un travail qui demande la consultation régulière d'un nombre considérable de publications ; je ne suis donc pas étonné que Mme CIDADE n'ait pu faire qu'une année de ce travail. Je crois que nous devrions nous pencher de façon plus approfondie sur cette question et mieux définir les limites du champ qui sera couvert par la bibliographie considérée.

CIDADE (H. T.). — **Bibliographie du café, 1963.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 88-90.

La Bibliographie du café, 1963, réunit 895 références classées selon 212 concepts de la Classification Décimale Universelle (C. D. U.). Elle comprend, en outre, les analyses en portugais de 371 articles, publiés dans 101 périodiques provenant de 26 pays et rédigés en six langues différentes.

Ce travail traite des sujets suivants : classification, législation, chimie, phytochimie, chimiothérapie et technologie du café, qui ont été considérés en rapport avec les centres d'intérêt de la Commission de Documentation, Réglementation et Normalisation du Premier Colloque International sur la Chimie des Cafés verts, torréfiés et leurs Dérivés.

Ce travail présente, en outre, un index auteurs et un index matières et une liste des revues périodiques dépouillées.

CIDADE (H. T.). — **The bibliography of coffee, 1963.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 88-90.

The bibliography of coffee, 1963, includes 895 references classified under 212 headings in the Universal Decimal Classification (C. D. U.). It contains moreover abstracts in Portuguese of 371 articles appearing in 101 periodicals, published in 26 countries and written in six different languages.

This work deals with the following subjects : the classification, legislation, chemistry, phytochemistry, chemotherapy and technology of coffee, which have been taken into consideration in connection with the activities of the Documentation, Regulation and Standardization Commission of the 1st Symposium on the Chemistry of Coffee (raw and roasted coffee and its derivatives).

In addition, this bibliography includes an index of authors and subject matter, and a list of periodicals from which the material was obtained.

CIDADE (H. T.). — **Bibliographie des Kaffees, 1963.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 88-90.

Die Bibliographie des Kaffees, 1963, weist 895 Referenzen auf, die nach 212 Begriffen der Weltdezimalklassifikation klassiert sind. Sie umfasst ausserdem die Zusammenfassung in portugiesischer Sprache von 371 Arbeiten, die in 101 Zeitschriften von 26 Ländern in sechs verschiedenen Sprachen erschienen.

Behandelt wurden folgende Themen : Klassifikation, Gesetzgebung, Chemie, Pflanzenchemie, Chemiotherapie und Technologie des Kaffees, die in Zusammenhang mit den interessierten Stellen des Ausschusses für Dokumentation, Reglementierung und Normung des ersten internationalen Kolloquiums über die Chemie der Rohkaffees, der Röstkaffees und ihrer Derivate eroertert wurden.

Diese Arbeit weist ausserdem ein Namensregister und ein Sachregister sowie eine Liste der ausgewerteten Zeitschriften auf.

CIDADE (H. T.). — **Bibliografía del café, 1963.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 88-90.

La bibliografía del café, 1963, incluye 895 referencias clasificadas según 212 conceptos de la Clasificación Decimal Universal (C. D. U.). Comprende, además, los análisis en Portugués de 371 artículos procedientes de 101 publicaciones de 26 países y escritos en seis lenguas.

Este trabajo trata sobre los asuntos siguientes : clasificación, legislación, química, fitoquímica, quimioterapia y tecnología del café. Dichos asuntos se consideraron en relación con los centros de interés de la Comisión de Documentación, Reglamentación y Normalización del Primer Coloquio Internacional sobre la química de los Cafés verdes, tostados y sus derivados.

Este trabajo presenta, además, un índice de autores y un índice de materias así como una lista de las publicaciones analizadas.

CIDADE (H. T.). — **Bibliografia do café, 1963.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 88-90.

A Bibliografia do café, 1963, reuniu 895 referências classificadas segundo 212 conceitos da Classificação Decimal Universal (C. D. U.). Compreende, além disso, análises em português de 371 artigos publicados em 101 periódicos, provenientes de 26 países e redigidos em seis línguas diferentes.

Este trabalho trata dos seguintes assuntos : classificação, legislação, química, fitoquímica, quimioterapia e tecnologia do café, que foram considerados, em relação com os pontos de interesse definidos pela Comissão de Documentação, Regulamentação e Normalização do 1º Colóquio Internacional sobre a Química dos Cafés crus, torrados e seus derivados.

Este trabalho apresenta também um índice de autores, um índice de assuntos e uma lista das revistas periódicas compulsadas.



RAPPORT SUR LA CONSTITUTION D'UNE ASSOCIATION SCIENTIFIQUE INTERNATIONALE DU CAFÉ (A.S.I.C.)

R. KIEFÉ
Avocat à la Cour d'Appel de Paris



Deux formes peuvent être envisagées pour la constitution d'une Association Scientifique Internationale du Café (A. S. I. C.).

I

Aux termes de l'Art. 1er de la loi du 1.7.1901 relative au contrat d'association « l'association est la convention par laquelle deux ou plusieurs personnes mettent en commun d'une façon permanente leurs connaissances ou leur activité dans un but autre que de partager des bénéfices ».

Ainsi, l'association est d'abord un contrat. C'est un contrat synallagmatique, c'est-à-dire qui crée des obligations réciproques pour les parties. A d'autres égards, l'association est une institution, c'est un organisme doué d'une certaine vie, indépendante de celle de ses auteurs, mais conçue de leur accord. (BRICHET – Associations & Syndicats – page 9.)

Enfin, l'association peut être considérée comme une liberté publique. Le préambule de la Constitution française de 1958 indique que le peuple français proclame solennellement son attachement aux droits de l'homme définis dans la déclaration de 1789, confirmés par la Constitution de 1946. Le droit d'association en fait partie. La jurisprudence du Conseil d'Etat a maintes fois consacré cet aspect du droit d'association (Conseil d'Etat, 1.2.1950).

Les éléments caractéristiques du contrat d'association sont au nombre de trois :

— un but commun entre les associés ;
— la permanence ;
— un but autre que le partage de bénéfices.

L'association, après avoir satisfait à certaines formalités de publicité, peut acquérir une capacité juridique ; c'est l'association déclarée.

Fondation de l'association

La formation d'une association suppose plusieurs actes : il faut qu'une personne en ait eu l'initiative, qu'elle ait intéressé d'autres personnes à cette initiative, que les bases d'une convention aient été établies, que celles-ci aient été communiquées à d'autres personnes susceptibles d'adhérer à l'association en gestation, enfin que les intéressés aient été réunis pour fonder le groupement et qu'ils aient adopté les clauses d'un contrat d'association matérialisées dans des statuts. Ceux qui participent à cette création sont les fondateurs de l'association. Souvent, ils portent le titre de membres fondateurs. La définition du fondateur est simple : c'est toute personne qui a contribué personnellement à la constitution de l'association.

L'Assemblée constitutive

Il appartient aux fondateurs de convoquer à l'assemblée constitutive les adhérents en expectative pour voter les statuts.

Aucune forme spéciale n'est exigée pour cela : les convocations peuvent être signées par un seul fondateur, la mention de l'ordre du jour n'est pas obligatoire, enfin elles peuvent être adressées à toute personne susceptible de s'intéresser au projet.

La tenue de l'assemblée constitutive n'est soumise à aucune autre règle que celles qui président à la tenue des réunions publiques. Un bureau est constitué.

L'engagement préalable n'étant pas une condition indispensable au droit d'assister à l'assemblée constitutive, il ne saurait être question de quorum, ou même de majorité.

L'assemblée constitutive est saisie du projet de statuts élaboré par le ou les fondateurs. Elle en délibère. Dès que ces statuts ont été adoptés par un certain nombre de personnes, l'association se constitue entre elles.

Il est recommandé d'avoir un registre des délibérations, sur lequel sera consigné le compte rendu de l'assemblée générale constitutive. Il sera bon également que soient désignés les membres du conseil d'administration. Ceux-ci éliront le bureau de l'association et donneront les délégations de signatures permettant l'exécution de diverses opérations administratives requises dès le début de l'existence de l'association (déclaration éventuelle de l'association, ouverture d'un compte courant postal, d'un compte bancaire, etc...).

Statuts de l'association

En principe, la rédaction des statuts est libre, mais les associations doivent adopter les statuts types imposés par les pouvoirs publics, notamment lorsqu'elles envisagent la reconnaissance d'utilité publique, ou encore de solliciter des subventions de l'Etat.

Il est préférable de ne fixer dans les statuts que les grands traits de l'association, les dispositions de détail étant renvoyées à un réglement intérieur qui peut être modifié par l'assemblée générale et même par le conseil d'administration si les statuts le décident.

Déclaration de l'association

La déclaration doit être faite à la Préfecture de Police quand l'association a son siège social dans le département de la Seine. Cette déclaration est valable pour tout le territoire français.

La déclaration est écrite. Elle est établie sur timbre. Elle doit mentionner :

1) la dénomination de l'association,

2) son objet,

3) le siège de ses établissements, c'est-à-dire l'adresse du siège social et de tous les locaux où fonctionnent les services qui en dépendent,

4) les noms, professions, domiciles de ceux qui, à un titre quelconque, sont chargés de l'administration et de la direction de l'association.

Pratiquement, seront indiqués les noms des membres du conseil d'administration et du bureau en exercice.

Aucun délai n'est fixé pour la déclaration.

Le Préfet de Police délivre un récépissé de la déclaration. Tous les changements survenus dans l'administration ou la direction de l'association doivent faire l'objet d'une déclaration dans les trois mois de leur date.

Les associations doivent tenir à leur siège social un registre spécial coté et paraphé sur chaque feuille par le préfet. Sur ce registre doivent être inscrits tous les faits dont la déclaration est exigée par la loi, avec mention de la date des récépissés.

Enfin, dans le délai d'un mois à compter de la déclaration, l'association doit être rendue publique par l'insertion au Journal Officiel d'un extrait contenant la date de la déclaration, le nom et l'objet de l'association, son siège social. Cette publication se fait par l'intermédiaire de l'Agence Havas. Cette formalité est d'une extrême importance pratique, car l'association acquiert ainsi la capacité juridique que lui accorde la loi du jour de l'insertion au Journal Officiel de l'extrait de déclaration.

C'est en s'inspirant de ces principes que l'auteur de ce rapport a préparé le projet de statuts, qu'il soumettra à votre approbation.

II

Il convient de souligner un point important. Notre association serait une association étrangère régie par le décret-loi du 12.4.1939, lequel a ajouté un titre IV à la loi du 1.7.1901. Aux termes de ce texte, sont étrangers les groupements présentant les caractéristiques d'une association qui, ayant leur siège en France, sont dirigées en fait par des étrangers, ou qui, ayant leur siège en France, ont des administrateurs étrangers, ou, enfin, qui, ayant leur siège en France, ont un quart au moins de membres étrangers.

C'est ainsi que le Conseil d'Etat a jugé que la Fédération mondiale de la Jeunesse démocratique est une association étrangère (Conseil d'Etat 20.6.1958), de même la Fédération syndicale mondiale (Conseil d'Etat 3.12.1958).

Théoriquement, les associations étrangères sont soumises à un régime spécial très différent du droit commun des associations en France. Alors que ce dernier est dominé par le principe de liberté, c'est au contraire un régime d'autorité qui caractérise le droit des associations étrangères avec toutes les conséquences qui en résultent quant à l'étendue du pouvoir souverain

d'appréciation des pouvoirs publics. En particulier, la notion de sûreté publique explique beaucoup d'attitudes qui seraient incompréhensibles sans cela.

Mais tout ceci est beaucoup plus théorique que pratique, car le décret-loi de 1939 est un texte de circonstance, inspiré par des considérations politiques qui, évidemment, ne pourraient jouer en ce qui concerne l'Association Scientifique Internationale du Café.

Nécessité d'une autorisation préalable

L'Art. 22 de la loi de 1901, modifiée par le décret-loi du 12.4.1939, soumet à autorisation préalable du Ministre de l'Intérieur la formation d'une association étrangère en France.

L'autorisation préalable doit être expresse (Conseil d'Etat 6.5.1957, Association des étudiants chinois à Paris).

En principe, l'autorisation n'est jamais définitive. Elle est accordée à titre temporaire ou soumise à un renouvellement périodique. Elle peut être retirée par arrêté à tout moment.

La demande d'autorisation est adressée au Préfet de Police. La demande, conforme à un modèle déterminé par une instruction ministérielle, doit mentionner le titre et l'objet de l'association, le lieu de son fonctionnement, les nom, profession, domicile et nationalité des membres étrangers et de ceux qui, à un titre quelconque, sont chargés de l'administration ou de la direction de l'association.

Dès que l'autorisation est notifiée à l'association, son représentant doit procéder aux formalités de la déclaration.

Capacité juridique

Les associations étrangères sont obligatoirement déclarées et, éventuellement, reconnues d'utilité publique. Elles peuvent, en conséquence, ester en justice, passer des actes juridiques isolés, par exemple conclure des contrats (Cour de Paris 8.7.1959).

On voit que ces limitations ont un caractère purement théorique. Notre association n'aurait pas à craindre le retrait de l'autorisation préfectorale.

III

C'est la seule forme juridique possible, si l'on ne veut pas adopter celle d'une organisation intergouvernementale. Il suffit, pour s'en convaincre, d'étudier la revue « Associations internationales », revue mensuelle des organisations et réunions internationales publiée à Bruxelles.

Comme M. SPEECKAERT, Secrétaire Général de l'Union des Associations internationales, l'écrivait à M. COSTE le 19.12.1963, il n'y a pas jusqu'à présent de statut proprement international pour les organisations non gouvernementales. Celles-ci, pour obtenir la personnification juridique, doivent se classer sous une législation nationale.

C'est une question que M. SPEECKAERT a étudiée dans la revue précitée, à la page 188 du numéro de mars 1962.

Reste la solution d'une organisation intergouvernementale. Celle-ci implique la conclusion de conventions entre plusieurs pays, ce qui nécessiterait de longs délais et retarderait considérablement le fonctionnement de notre association.

Le modèle en est l'Office international du Vin créé à Paris :

Il résulte d'un arrangement conclu entre les gouvernements de l'Espagne, de la France, de la Grèce, de la Hongrie, de l'Italie, du Luxembourg, du Portugal et de la Tunisie, le 29.11.1924, déposé dans les archives du gouvernement français, et dont des copies certifiées conformes ont été remises aux parties contractantes.

Ont adhéré ultérieurement les pays suivants : Algérie, Allemagne, Argentine, Autriche, Bulgarie, Chili, Maroc, Pays-Bas, Roumanie, Suisse, Tchécoslovaquie, Turquie, U. R. S. S., Ukraine, Yougoslavie.

Evidemment, une organisation internationale de cet ordre pourrait être constituée, si un nombre suffisant de pays étaient disposés à conclure rapidement un arrangement semblable.

CONCLUSION

Pratiquement, une association étrangère ayant son siège à Paris, serait à mon avis la meilleure solution, car on ne voit pas en quoi le contrôle du Ministre de l'Intérieur pourrait être susceptible d'apporter le moindre trouble au fonctionnement de la société, ni d'inquiéter en quoi que ce soit les membres étrangers de celle-ci.

En effet, cette association n'aurait aucun objet politique, mais purement scientifique, ainsi que cela est présenté dans l'Art. 1er du projet de statuts :

« ... d'établir un inventaire des connaissances scientifiques, techniques et appliquées et d'encourager, faire et coordonner des recherches, susceptibles de contribuer à une meilleure exploitation du café et de ses dérivés et à l'amélioration de sa qualité dans l'intérêt commun des producteurs, des négociants, des industriels et des consommateurs. »

DISCUSSION

M. NOACOVITCH : Il existe une association internationale des sciences biologiques dont le secrétariat général est tantôt dans un pays, tantôt dans un autre. Cette association est très florissante et a des objectifs analogues à ceux de l'association que nous voulons créer. Nous pourrions calquer notre association sur celle-ci, la connaissez-vous ?

— Me KIEFÉ : Je ne connais pas cette association, mais elle ne peut être qu'inter-gouvernementale, ce qui m'étonnerait étant donné son caractère scientifique, ou de la nationalité du pays où est son siège.

M. NOACOVITCH : Je m'étonne, étant donné que la coopération scientifique est de plus en plus non seulement prônée mais indispensable, qu'on ne se soit pas préoccupé davantage de cette lacune juridique en ce qui concerne les associations scientifiques internationales.

— Me KIEFÉ : Je suis tout à fait d'accord avec vous ; il faudrait agir énergiquement vis-à-vis de l'UNESCO, qui semble compétente, afin de faire enfin adopter un projet.

M. ILLY : Je me permettrai de faire des remarques sur les points suivants :

Article 1 : l'association ne semble s'intéresser qu'au passé : « faire un inventaire... ». Il faudrait étendre son but à l'avenir et ajouter, par exemple : « faire des suggestions dans certains domaines de recherches, etc... ». Je laisse à Me KIEFÉ le soin de trouver la formule correcte.

Article 12, point 2 : je propose de mettre « les subventions qui seraient accordées par les Etats... » (et non « par l'Etat », car il se peut qu'il y ait plusieurs Etats disposés à donner des subventions) et aussi par les organismes internationaux.

— Me KIEFÉ : Je serais heureux, Monsieur, que vous fassiez partie de la commission qui va étudier le texte tout à l'heure pour que nous mettions au point vos intéressantes suggestions.

M. COSTE : En relisant le texte et en écoutant l'intervention de M. ILLY, je viens de voir qu'un membre de phrase a sauté dans l'article 1 ; il faut lire : « faire un inventaire... et de promouvoir des recherches ».

M. NAVELLIER : Nous sommes actuellement à une réunion sur la chimie des cafés et nous ne vous proposons pas une association chimique, mais une association scientifique. Ceci n'est pas le fait d'une erreur de dactylographie, mais une évolution de la pensée. En effet : nous avons commencé nos réunions pour étudier la composition chimique du café et les moyens d'investigation correspondants, mais nous nous sommes aperçus dès le premier colloque que l'on ne pouvait pas parler de la composition chimique du café sans envisager les tenants et aboutissants. Les tenants, ce sont l'origine même du café, la sélection des variétés, la génétique, etc... ; ce sont les questions agricoles, technologiques, la conservation, le transport, etc.... Tout ceci a des répercussions sur la composition chimique, qui, elle, a des répercussions sur les possibilités d'emploi, les actions physiologiques, c'est-à-dire les aboutissants.

Donc, si nous ne voulons envisager que la chimie du café, nous allons nous limiter de manière trop stricte et laisser de côté des questions importantes, ou bien nous aurons des activités qui ne correspondront pas à notre dénomination.

C'est pourquoi il nous a semblé, à M. COSTE et à moi-même, que la dénomination « scientifique » était préférable. Il appartiendra aux membres de l'association de donner l'orientation voulue. Nous nous retrouvons dans une situation analogue à celle que nous indiquait tout à l'heure M. DUVAL, en ce qui concerne le domaine de l'ISO.

Le mot scientifique a une autre signification : nous ne nous occuperons pas des questions économiques. Nous savons qu'il y aura des répercussions économiques à la composition chimique du café, mais les problèmes économiques sont déjà étudiés par des spécialistes avec lesquels notre association sera peut-être d'ailleurs amenée à collaborer.

— Me KIEFÉ : Je crois nécessaire d'ajouter le mot scientifique. Je vais vous soumettre la formule que j'avais d'abord envisagée pour l'article 1er : « ... but d'établir une normalisation internationale du café sur les plans scientifique, technique et juridique dans l'intérêt commun des producteurs, négociants et consommateurs ».

Je m'étais inspiré pour cette rédaction, qui me semblait très générale, de la formule adoptée pour l'association internationale de l'expertise chimique dont je vous parlais tout à l'heure.

M. DUVAL : L'ASIC ne doit pas « établir une normalisation du café », mais « collaborer à une normalisation internationale du café ».

En effet, l'ISO est le seul organisme de normalisation internationale. Elle reçoit les propositions des autres organismes et les transforme en recommandations de normalisation internationale.

M. ILLY : L'addition que vous venez de suggérer limite l'action de l'association dans le temps : c'est au début qu'on normalise. La normalisation des réglementations, classifications, lois, analyses, dans le domaine du café vert et du café torréfié, ne devrait être qu'un but parmi les autres.

M. NOACOVITCH : Si la normalisation entre dans les buts de l'association, l'aspect de la science économique doit être intégré dans les préoccupations d'une telle association.

D'autre part, à mon avis, la normalisation est une création continue, qui doit être adaptée aux conditions nouvelles. Elle n'est féconde que si elle est sujette à révisions.

— Me KIEFÉ : Je crois qu'il est dangereux d'inclure le mot économique dans les statuts. Cela risque de paralyser l'activité de notre association qui veut être purement scientifique.

M. NOACOVITCH : Je me suis fait volontairement tout à l'heure l'avocat du diable.

M. ESTEVES : Nous réserverons la discussion de tous ces points pour la réunion du groupe de travail qui aura lieu après la pause. Ce groupe de travail a pour but de critiquer, modifier ou adapter cet avant-projet et de le transformer en un projet qui pourrait être soumis à la séance plénière vendredi.

M. COSTE : Je voudrais remercier au nom des délégués, et en mon nom personnel, Me KIEFÉ pour le travail important qu'il a fourni en réunissant cette documentation sur les associations internationales et en préparant les projets de statuts.

— Me KIEFÉ : Je souhaiterais que dans notre groupe de travail figurent des citoyens des Etats-Unis et du Royaume-Uni dont le système juridique est différent du nôtre.

N. B. : L'A. S. I. C. a été autorisée par arrêté du 19 janvier 1966, publié au Journal Officiel de la République Française du 5 février 1966.

KIEFÉ (R.). — **Rapport sur la constitution d'une association scientifique internationale du café (A. S. I. C.).** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 91-96.

Après avoir exposé le régime des associations en France et notamment des associations dites « étrangères », qui sont dirigées ou administrées par des étrangers ou comportent un quart de membres étrangers, l'A. montre que la formule d'une association étrangère ayant son siège à Paris est la meilleure pour l'A. S. I. C., si l'on ne veut pas créer une association intergouvernementale qui nécessiterait de longues négociations, puisqu'il n'existe pas de statut proprement international pour les associations non gouvernementales.

KIEFÉ (R.). — **Report on the creation of an international scientific association for coffee (A. S. I. C.).** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 91-96.

After having explained the internal organization of the associations in France and in particular of those said to be « foreign », which are directed or administered by foreigners or are made up of a quarter or more foreign members, the A. shows that the formula of a foreign association having its head office in Paris is the best for the A. S. I. C. It is best if one is to avoid an intergovernmental association which would necessitate long drawn out negotiations, since there does not exist an international statute in the true sense of the word, for non-governmental associations.

KIEFÉ (R.). — **Bericht über die Bildung einer internationalen wissenschaftlichen Vereinigung für den Kaffee (A. S. I. C.).** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 91-96.

Der Verfasser legt zuerst die in Frankreich geltenden Bestimmungen für die Vereinigungen und namentlich für die sogenannten « ausländischen » Vereinigungen, die von Ausländern geleitet oder verwaltet oder deren Mitglieder zu einem Viertel aus Ausländern bestehen dar. Er weist sodann darauf hin, dass für die A. S. I. C. die Formel einer ausländischen Vereinigung mit Sitz in Paris am günstigsten ist, so man die Gründung einer zwischenstaatlichen Vereinigung vermeiden will, die längere Verhandlungen erfordern würde, da kein eigentliches internationales Statut für andere als Verwaltungsvereinigungen besteht.

KIEFÉ (R.). — **Informe sobre la constitución de una asociación científica internacional del café (A.S.I.C.).** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 91-96.

Después de presentar el régimen de las asociaciones en Francia, y especialmente de las asociaciones llamadas « extranjeras » porque las dirijen o administran extranjeros o porque incluyen un cuarto de miembros extranjeros, el autor muestra que la formula de un asociación extranjera cuya oficina central se hallaría en Paris sería la mejor para la A. S. I. C. si no se quiere crear una asociación intergubernamental lo que necesitaría largas negociaciones ya que no existe estatuto propiamente internacional para las asociaciones no gubernamentales.

KIEFÉ (R.). — **Relatório sobre a constituição de uma associação científica internacional do café (A. S. I. C.).** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 91-96.

Depois de ter exposto o regime das associações em França e especialmente das associações ditas « estrangeiras » dirigidas ou administradas por estrangeiros ou que comportam um quarto dos seus membros estrangeiros, o autor mostra que a modalidade de uma associação estrangeira, tendo a sua sede em Paris, é a melhor para a A. S. I. C., se não se quere criar uma associação intergovernamental que necessitaria de longas negociações, pois que não existe estatuto internacional apropriado para as associações não governamentais.



Mme AKEROY, présidant une séance

SURVEY OF THE RESULTS OBTAINED IN THE DETERMINATION OF CAFFEINE IN A SAMPLE OF RAW COFFEE

J.-J.-L. WILLEMS
T.N.O., Zeist

INTRODUCTION

A sample of raw coffee was supplied by the « Institut Français du Café, du Cacao et autres plantes stimulantes » (I. F. C. C.) with the instruction to determine its caffeine content.

The following laboratories (in alphabetical order) took part in this collaborative test :

Centraal Instituut voor Voedingsonderzoek T. N. O., Zeist.

Douwe Egberts N. V., Utrecht.

P. de Gruyter & Zoon N. V., 's-Hertogenbosch.

Institut Français du Café, du Cacao et autres plantes stimulantes (I. F. C. C.), Nogent-sur-Marne.

Keuringsdienst van Waren, Amsterdam.

Koninklijk Instituut voor de Tropen, Amsterdam.

Laboratoire Municipal, Paris.

J. Lyons & Company Limited, London.

Société de Produits Alimentaires et Diététiques (S. O. P. A. D.), Courbevoie.

Verband Schweizerische Konsumvereine (V. S. K.), Basel.

Although a number of methods for the determination of caffeine were suggested, still each laboratory was free in its choice.

During the period of time between July 1, 1964 and January 7, 1965 the results of the analyses were submitted to the Central Institute for Nutrition and Food Research T. N. O., Zeist. It appeared that a variety of methods had been used by the 10 laboratories just mentioned.

Who shall first give brief descriptions of the employed methods, followed by a classification of the methods and the results. Some explanatory remarks from the various laboratories are also mentioned.

BRIEF DESCRIPTIONS OF THE METHODS USED

1. BARBERA (C. E.), **Spektralphotometrische Bestimmung des Coffeins in coffeinhaltigem und coffeinfreiem Kaffee.** *Z. Lebensm. Untersuch. Forsch.* **117** (1962) 483-487.

The caffeine is extracted with water from caffeine-free coffee, the aqueous extracts are pre-treated with MgO and purified chromatographically on MgO and filter aid, and extracted with chloroform ; the chloroform is evaporated and the caffeine thus purified is measured at 272 mμ in a spectrophotometer. The smallest amount that can be determined in 100 g caffeine-free raw coffee is 0.04 g with a standard deviation of ± 0.008 g. The time of analysis is approximately 90 minutes.

2. BOWER (R. S.), ANDERSON (A. D.) and TITUS (R. W.), **Determination of caffeine. A rapid semimicromethod.** *Anal. Chem.* **22** (1950) 1056-1058.

The caffeine is extracted with water and magnesium oxide. The suspension is transferred to a tightly packed column containing a mixture of magnesium oxide and

filter aid. The caffeine is washed from the column with hot water and extracted from sulfuric acid medium with chloroform. In the chloroform residue the nitrogen is determined according to the Kjeldahl procedure (Hengar technique). The time required for the analysis of samples in duplicate is 2 hours.

3. C. I. V. O.-method (Central Institute for Nutrition and Food Research, T. N. O., Zeist).

The caffeine is extracted by boiling with water and magnesium oxide during 1 hour. An aliquot of the filtrate is made alkaline and the caffeine extracted with chloroform.

An aliquot of the chloroformic extract is evaporated and in the dry residue caffeine is determined according to Wachsmuth and Van Koeckhoven [WACHSMUTH (H.) et VAN KOECKHOVEN (L.), **Une nouvelle réaction colorée de la caféine.** *J. Pharm. Belg.* **14** (1959) 79-81].

4. DOUWE EGBERTS method (Douwe Egberts Koninklijke Tabaksfabriek-Koffiebranderijen-Theehandel N. V., Utrecht).

This method is only applicable to raw coffee.

An extract of the raw coffee (obtained by boiling with water and magnesium oxide) is purified using an absorption column consisting of a mixture of magnesium oxide and celite 545 (1 + 1).

An aliquot of the eluate is treated with potassium permanganate and (after 10 minutes) decolorized with sodium sulphite. The solution is clarified with potassium ferrous cyanide and zinc acetate.

After centrifuging, the caffeine is determined in the supernatant liquor spectrophotometrically at 272 mμ. The blank determination is performed at the same time.

5. GOBERT (S.), **Dosage de la caféine dans les cafés, extraits de café, cafés décaféinés et thés.** *Ann. Falsif. Fraudes* **29** (1936) 417-420.

The caffeine is extracted from an ammoniacal medium with ethyl acetate. After the addition of paraffin the extractant is evaporated and the residue extracted with boiling water. After filtering and washing, the aqueous solution is treated with potassium permanganate. The excess permanganate is removed with hydrogen peroxide solution and the solution filtered. The caffeine is extracted with chloroform ; after filtration and evaporation the residue is dried.

6. DE GRUYTER-method (P. de Gruyter & Zoon N. V., 's-Hertogenbosch).

Iodométric determination. From a solution of coffee extract the caffeine is extracted with chloroform. The evaporation residue is dissolved in water. The caffeine is then precipitated with excess iodine solution in sulphuric acid medium. After 5 minutes the precipitate is collected on a G 4 crucible and washed with dilute sulphuric acid. In the filtrate the excess iodine is titrated with standard thiosulphate solution.

A blank determination is performed under identical conditions. This method is a modification of the Prange-Walther-method [PRANGE (G.) und WALTHER (H.), **Massanalytische Schnellbestimmung des Coffeins in Kaffeeaufgüssen.** *Z. Lebensm. Untersuch. Forsch.* **104** (1956) 261-266].

7. HADORN (H.) und ZÜRCHER (K.), **UV-Spektrophotometrische Coffein-Bestimmung in Kaffee. Neue Methode zur Bestimmung des Coffein-Gehaltes in Roh- und Röstkaffee, Kaffee-Extrakten und entcoffeinierten Produkten.** *Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg.* **55** (1964) 379-405.

A novel UV-spectrometrical method for the determination of caffeine in coffee was worked out. The method is applicable to ordinary and decaffeinated raw and roasted coffee as well as to coffee extracts.

The sample material is digested with concentrated sulphuric acid and the caffeine extracted with chloroform in a continuous extractor.

The caffeine is further purified chromatographically on a column of alkaline alumina. After the solvent has been distilled off, the purified caffeine is dissolved in water and determined spectrometrically in the ultra violet.

Each individual stage of the method was checked and its reliability proved by numerous model tests. The new method was tried on various commercial coffees and coffee extracts. Statistical data on reproducibility and accuracy are presented.

8. KUM-TATT (L.), **A routine method for determining caffeine in coffee and coffee mixtures.** *Analyst* **86** (1961) 825-828.

A spectrophotometric method is described for determining caffeine in coffee ; the base-line procedure is used. Interfering impurities are removed from the sample by preferential extraction of caffeine with chloroform from an alkaline solution and subsequently passing of the extract through a column of activated alumina. Results obtained with this method compare favourably with those found with the Official Bailey-Andrew procedure. The caffeine contents of coffees containing chicory are found by determining nitrogen in the chloroform extracts. One analyst can make six to eight essays in an eight-hour day.

9. LABORATOIRE MUNICIPAL, Paris. Tentative method (by **azeotropic extraction**).

10. LEVINE (J.), **Determination of caffeine in coffee products, beverages and tablets.** *J. Ass. Offic. Agric. Chemists* **45** (1962) 254-255.

The sample solution (a hydrochloric acid solution) is placed in a chromatographic column (Celite 545 moistened with sodium hydroxide 2 N) as stationary phase.

Ether elutes the caffeine together with other extractables ; 4 N sulfuric acid in a second column (Celite 545 and sulfuric acid) retains only caffeine. The caffeine is then eluted with chloroform and measured spectrophotometrically.

11. **Methoden van onderzoek- Koffie- en Theebesluit, Warenwet** ; bew. door P. L. DE WEEVER ; 14e druk, dl. II, Zwolle, Tjeenk Willink, 1959, p. 90.

The ground coffee is moistened with water and extracted with carbon tetrachloride. After the solvent has been distilled off and paraffin was added, the residue is extracted with 4 portions of boiling water, each of which are filtered after cooling, the filter being washed with boiling water. In the cooled-down filtrate the impurities are removed with potassium permanganate. Dropwise addition of hydrogen peroxide leads to formation of manganese dioxide. Thereupon the liquid is heated on a boiling water bath for 1/4 hour and filtered while hot ; the filter is washed with hot water and the filtrate evaporated to a dry residue, which is dissolved in warm chloroform. The solution is filtered and freed from chloroform. The residue is dried at 102-105 °C and weighed.

12. NAVELLIER (P.) (See : R. Coste, Les caféiers et les cafés dans le monde, Tome II, Vol. I. Ed. Larose, Paris, 1959, p. 234-236).

This method is derived from that of Gobert and that of Grossfeld and Steinhoff.

A quantity of fine ground coffee is mixed thoroughly with an equal volume of ammonia (1 + 2) and extracted with chloroform in a Soxhlet apparatus. The solvent is evaporated and the residue is taken up in dilute sulphuric acid. Impurities are removed by the consecutive addition of paraffin and treatment with potassium permanganate and hydrogen peroxide. After filtration the solution is extracted with chloroform. The chloroform extract is evaporated and the residue weighed (after drying) as caffeine.

[GOBERT (S.), **Dosage de la caféine dans les cafés, extraits de café, cafés décaféinés et thés.** *Ann. Falsif. Fraudes* **29** (1936) 417-420 ; GROSSFELD (J.), und STEINHOFF (G.), **Über Coffeinbestimmungen in Kaffee, Tee und Mate.** *Z. Untersuch. Lebensmittel* **61** (1931) 38-56].

13. NESTLÉ-method (modified method from Schweizerisches Lebensmittelbuch ; 4 . Aufl. Bern, Druck und Verlag von Zimmermann & Cie A. G., 1937, p. 231-232).

The caffeine is extracted with chloroform from ammoniacal medium. The chloroform is distilled off and the residue extracted with hot water. Purification is effected with potassium permanganate solution in the cold, excess permanganate being removed with hydrogen peroxide after filtration and the filter having been washed, caffeine is extracted from the filtrate with chloroform. The extractant is evaporated and the residue rinsed with water into a Kjeldahl flask. After destruction with sulphuric acid in the presence of selenium, ammonia is distilled from alkaline medium in a known volume of standard hydrochloric acid.

14. *Official methods of analysis of the Association of Official Agricultural Chemists* ; 9th ed. Washington, Association of Official Agricultural Chemists, 1960, p. 184-185, modified BAILEY-ANDREW method.

From a known weight of sample the caffeine is extractad with water and magnesia. After making up to a determined weight the caffeine is extracted with chloroform from an aliquot of the filtrate after acidification with sulphuric acid of the latter. The chloroform is transferred to a Kjeldahl bulb and the solvent is distilled off. In the residue the nitrogen content is determined according to Kjeldahl (destruction with sulphuric acid, sodium sulphate and mercuric oxide).

15. *Official methods of analysis of the Association of Official Agricultural Chemists* ; 9th ed. Washington, Association of Official Agricultural Chemists, 1960, p. 182-183, POWER-CHESNUT method.

The caffeine is extracted in ethanol and the extract is rinsed with water into a porcelain dish containing magnesium oxide.

After evaporation to dryness, the residue is brought on a filter which is then washed with warm water to a known volume. Boil an aliquot of the aqueous solution with sulphuric acid for 30 minutes, and transfer the liquor through a filter to a separating funnel.

The caffeine is extracted with chloroform, the extractant is evaporated and taken to dryness. The residue is weighed. If desired the residue may serve to determine nitrogen according to Kjeldahl.

16. Schweizerisches Lebensmittelbuch ; 4. Aufl. Bern, Druck und Verlag von Zimmermann & Cie A. G., 1937, p. 231-232.

The caffeine is extracted with chloroform from ammoniacal solution. The extractant is distilled off and the residue is treated with boiling water. After cooling,

excess potassium permanganate solution is added and the excess removed with hydrogen peroxide solution. After filtering and washing the filter with water, the caffeine is extracted with chloroform. The extractant is evaporated and the residue dried and weighed.

17. SMITH (R. F.) and REES (D. I.), **The spectrophotometric determination of caffeine in coffee and tea with special reference to coffee and chicory mixture.** *Analyst* **88** (1963) 310-313.

The sample is extracted with boiling water and filtered on a magnesium oxide filter aid column (magnesium oxide + Dicalite or Celite, 1 + 1).

The caffeine content of the sample is calculated from the difference between the optical densities at 273 mμ of the clarified extract before and after extraction with chloroform. High results were obtained when caffeine was determined in mixtures of coffee and chicory owing to the presence in roasted chicory of 5-hydroxymethylfurfural, which could, however, be removed from the clarified water extracts by reduction with aluminium amalgam.

A recent publication indicates the possibility to remove 5-hydroxy-methylfurfural by bisulphite.

[CONACHER (H. B. S.) and REES (D. I.), **The spectrophotometric determination of caffeine in coffee-chicory mixtures ; removal of hydroxy-methylfurfural by bisulphite.** *Analyst* **89** (1964) 806-807].

CLASSIFICATION OF THE METHODS RESULTS AND REMARKS

For the determination of the caffeine content in the sample of raw coffee the following methods were chosen :

1. spectrophotometry
2. gravimetry
3. titrimetry (determination of nitrogen according to Kjeldahl)
4. iodometry
5. colorimetry
6. azeotropic extraction

ADDENDUM

Unfortunately we received the results obtained by four other laboratories too late to work them into our survey.

In this addendum the methods applied by these laboratories and the results of the analysis are stated.

Laboratories

Coffee Research Station P. O., Balehonnur T. O., Mysore State, South India.

Laboratoire Central, Ministère de l'Agriculture, Paris.

Laboratorio d'Igiene e Profilassi, Reparto Chimico, Trieste (Italia).

Station Agronomique de Loire-Atlantique, Laboratoire Régional de Chimie, Nantes (France).

Brief descriptions of the methods used

18. GORTER's chloroform extraction method (cf. Winton, A. L. and K. B. Winton, Analysis of foods ; John Wiley & Sons, Inc., New York, Chapman & Hall, Ltd., London ; 1944, p. 860-861).

The caffeine is extracted in a Soxhlet apparatus with chloroform.

The extractant is evaporated and the residue was taken up with hot water and filtered. The solution is shaken with portions of chloroform ; the extract evaporated to dryness and dried at 100 °C. The residue is calculated as caffeine.

19. Laboratoire Central Method (this is a modified GOBERT-method).

20. Method of Station Agronomique de Loire-Atlantique.

The pulverized coffee is mixed with an equal quantity of pumice, moistened with ammonia and, after one hour, extracted with ethyl acetate.

After filtration in an Allihn tube, the residue is washed with ethyl acetate. The extractant is evaporated and in the residue caffeine is determined according to the method of Gobert.

21. Method derived from that of SMITH (cf. Compte rendu du 1er Colloque International sur la chimie des cafés, p. 89).

The caffeine is extracted with magnesium oxide and boiling water. The suspension is brought on a column of magnesium oxide and pumice (1 + 1) and washed with water. The filtrate is neutralized with acetic acid and treated with potassium permanganate.

Further the method of Smith is followed.

At the end of the determination the chloroform is evaporated and the caffeine is weighed.

TABLE 1

Spectrophotometrical determination of the caffeine content

Laboratory	Sample no.	Determination according to						Remarks
		Barbera	Douwe Egberts	Hadorn und Zürcher	Kum-Tatt, Lee	Levine	Smith and Rees	
Centraal Instituut voor Voedingsonderzoek T.N.O.	A 10		*2.27-2.18*					The coffee was ground in a water-cooled condux mill.
	A 29		*2.14-2.24*					
Douwe Egberts	A 14		2.11-2.17 2.18					The coffee was ground in a water-cooled condux mill.
Institut Français du Café, du Cacao (I.F.C.C.)	A 33				*2.041-2.053* *2,048* 2.218-2.231 2.226			The coffee sample was predried, ground and sieved ; then dried in air and stored in air-tight vessel.
Keuringsdienst van Waren, Amsterdam		2.45-2.55 (Celite 545 as filter aid)			2.48-2.49 (det. in chloroform) 2.37-2.27 (det. in water)			The coffee was ground in a cross-hammer mill (Peppink mill).
Lyons & Company Laboratories, London	A 8						*2.05-2.11* without Al-amalgam red. *2.10-2.11* with Al-amalgam red.	
Soc. de Produits Alimentaires et Diét. (SOPAD)					2.26-2.26 (in aq. sol.) 2.26-2.29 (by nitrogen determ.)			
Verband Schweiz. Konsum Vereine.	A 2			2.62-2.61 2.62-2.62 2.60-2.61		2.60 2.56		Coffee beans dried at 130 °C and then pulverized. The predried material contained 2.33 % moisture (determined at 130 °C).

Figures in italics refer to coffee as such. The other figures were calculated on dry matter.

TABLE 2

Gravimetrical determination of the caffeine content

Laboratory	Sample no.	Determination according to					Remarks
		Gobert	Methode Koffie- en Theebesluit	Navellier	Schweiz. Lebensm. Buch	Official methods A.O.A.C. Power-Chesnut	
Centraal Instituut voor Voedingsonderzoek T.N.O. .	A 10		*2.19-2.15*				The coffee was ground in a water-cooled condux mill.
	A 29		*2.12-2.21*				
Douwe Egberts ..	A 14		2.43-2.40 2.38				The coffee was ground in a water-cooled condux mill ; extraction period : 8 hours in Soxhlet of 200 ml cap. For a 15 g load of coffee 6 exhausts per hour.
De Gruyter & Zoon N. V	11				*2.30*		
	13				*2.31*		
Institut Français du Café, du Cacao (I.F.C.C.)	A 33			*2.269-2.265* *2,270* 2.460-2.461 2.467			The coffee sample was predried, ground and sieved ; then dried in air-tight vessel.
Keuringsdienst van Waren Amsterdam			2.37-2.40				The coffee was ground in a cross-hammer mill (Peppink-mill).
Koninklijk Inst. voor de Tropen, Amsterdam			2.01-2.08 2.47-2.31			2.23-1.97 2.19	The sample is pulverized in a mortar. The powder is not as fine as desired.
Laboratoire Municipal, Paris.....	A 28	2.25 (2.16, *vis* Kjeldahl)		2.47 (2.39, *vis* Kjeldahl)		2.41 (2.34, *vis* Kjeldahl)	
Soc. de Produits Alimentaires et Diét. (SOPAD)...		2.30-2.36					

Figures in italics refer to coffee as such. The other figures were calculated on dry matter.

TABLE 3. — **Titrimetric determination (via Kjeldahl)**

Laboratory	Sample no.	Determination according to		
		Bower, Anderson, Titus	Nestlé	Official methods A.O.A.C. Bailey-Andrew
Laboratoire Municipal, Paris	A 28			2.17 2.58 (by weighing)
Lyons & Company Laboratories, London	A 8	*2.08* *2.02* *2.07*		
Société de Produits Alimentaires et Diététiques (SOPAD)			2.27-2.24	

TABLE 4. — **Determination of the caffeine content according to three different methods**

Laboratory	Sample no.	Iodometric method	Colorimetric method	Azeotropic extraction method	Remarks
P. de Gruyter & Zoon	11 13	*1.86* *1.93*			In this method more water was needed than prescribed (± 12 ml)
Centraal Instituut voor Voedingsonderzoek T.N.O.	A 10 A 29		*2.13-2.11* *2.20-2.12*		The coffee was ground in a water-cooled condux mill.
Laboratoire Municipal, Paris	A 28			2.70 (2.49 *via* Kjeldahl)	

TABLE 5. — **Determination of the caffeine content according to six different methods**

Laboratory	Sample no.	Gorter's extraction method	Kum-Tatt, Lee	Laboratoire Central	Levine	Station Agro. de Loire-Atl.	« Smith » method	Remarks
Coffee Research Station P. O. South India		1.156						The green coffee was roasted.
Laboratoire Central, Paris			*2.03*	*1.98*				The coffee sample was ground in a Dangoumeau mill and sieved.
Laboratorio d'Igiene e Profilassi, Trieste					1.99			The coffee sample was ground.
Station Agronomique de Loire-Atlantique	A 20					*2.11*	*2.08*	The sample was dried at 95-100 °C and then pulverized (in Braun-Multiplex apparatus). The powder was sieved (⌀ 35 mm).

Figures in italics refer to coffee as such. The other figures were calculated on dry matter.

DISCUSSION

M. NAVELLIER : Je me permettrai de répéter encore une fois que je ne suis pas du tout surpris de constater qu'il y a une dispersion des résultats entre les différentes méthodes et les différents laboratoires qui les ont appliquées. Je dirai même que si je n'avais pas été intimement persuadé que nous arriverions à cette constatation, je n'aurais pas proposé de chaîne d'analyses ; cela aurait été inutile. Mais nous savons que dans chaque laboratoire on a des habitudes de travail qui correspondent peut-être plus à une tradition qu'à un examen critique complet de toutes les méthodes possibles. Dans le cas du dosage de la caféine, qui exige une succession de manipulations assez délicates, il existe beaucoup d'occasions d'avoir des résultats dispersés.

Il y a certainement là, comme dans les rapports précédents, un reflet des difficultés d'homogénéisation des échantillons, de détermination de leur teneur en eau ; il y a en plus le fait que l'échantillon que nous avions envoyé était un café vert et que la caféine du café vert est plus difficile à extraire que celle du café torréfié. Il y a enfin le fait que ce café était particulièrement riche en caféine, et il se peut que certains opérateurs aient douté de la valeur des résultats très élevés qu'ils avaient obtenus.

Tout ceci nous montre que si nous voulons faire un véritable travail international, si nous voulons pouvoir comparer des résultats obtenus non plus sur le même échantillon, mais sur des échantillons que chacun de nous aura l'occasion d'examiner, il faut là aussi trouver une méthode de référence.

Certains d'entre vous ont fait mention dans leur rapport de la rapidité de la méthode. Ces préoccupations doivent intervenir dans un laboratoire pour ses besoins courants, mais ce qu'il nous faut c'est une méthode-étalon qui nous permette d'avoir les mêmes appréciations.

Je pense que dans ce domaine il est également hautement souhaitable qu'un groupe de travail se réunisse avant la fin de notre colloque et qu'à l'occasion de cette réunion une analyse peut-être plus détaillée des résultats et des méthodes soit faite, qu'un choix de méthodes nous soit proposé par M. WILLEMS, qui est le responsable de ce groupe, et que M. WILLEMS nous dise quelles sont celles qu'il voudrait voir inclure dans une nouvelle chaîne d'analyses.

Nous aurons également à décider, et je parle ici en tant que secrétaire de la deuxième commission, si, lors de la prochaine chaîne d'analyses, nous voulons qu'un même échantillon serve pour toutes les déterminations : l'eau, les cendres et la caféine, ou si nous voulons des échantillons différents. Nous aurons à décider si nous voulons prendre un seul échantillon ou plusieurs et, si nous prenons plusieurs échantillons, si nous examinons des cafés verts, des cafés torréfiés et peut-être, dans le cas particulier qui nous occupe, des cafés décaféinés. Je pense qu'il est prématuré de vouloir introduire dans nos chaînes d'analyses des dérivés du café, comme les extraits de café.

Le groupe qui a été animé par MM. ENGEL et WILLEMS a fait un travail considérable par la quantité des méthodes étudiées et des résultats collationnés. La mise en évidence de la difficulté d'application de certaines méthodes nous rend le plus grand service. Au nom de la seconde commission, je félicite le rapporteur et remercie ceux qui ont participé au groupe de travail.

— M. WILLEMS : Je suis d'accord avec les propositions de M. NAVELLIER et j'espère qu'au cours de la réunion du groupe de travail, nous pourrons donner quelques méthodes qui pourront être employées pour la poursuite des recherches ; mais comme vous le savez mieux que moi, ce sera très difficile de donner une méthode applicable sur le café vert, le café torréfié, les extraits de café, les cafés décaféinés et peut-être les boissons contenant du café.

WILLEMS (J. J. L.). — **Compte rendu du Groupe de travail sur le dosage de la caféine.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 97-105, tabl., réf.

Le rapporteur donne tout d'abord la liste des laboratoires qui participèrent à la chaîne d'analyses de la caféine contenue dans un échantillon de café vert fourni par l'I. F. C. C., puis il fait une brève description des 21 méthodes employées pour la détermination de la caféine. Ces méthodes sont ensuite classées suivant leur principe (spectrophotométrie, gravimétrie, titrimétrie, iodométrie, colorimétrie, extraction azéotropique) et les résultats obtenus par chaque laboratoire avec les différentes méthodes retenues sont regroupés dans des tableaux comparatifs.

WILLEMS (J. J. L.). — **Survey of the results obtained in the determination of caffeine in a sample of raw coffee.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés, et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 97-105, tabl., réf.

The writer gives first of all the list of laboratories which took part in the series of analysis of the caffeine content in a sample of green coffee provided by the I.F.C.C., then he gives a brief description of the 21 methods employed for the determination of the caffeine content. These methods are later classified according to their principles (spectrophotometry, gravimetry, titrimetry, iodometry, colorimetry, azeotropic extraction) and the results by each laboratory together with the various methods retained, are regrouped in comparative tables.

WILLEMS (J. J. L.). — **Bericht über die Arbeitsgruppe zur Bestimmung des Coffeins.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 97-105, tabl., réf.

Der Berichterstatter gibt die Liste der Laboratorien bekannt, die sich an den Analysen des in einer von der I. F. C. C. gelieferten Roh-Kaffeeprobe enthaltenen Coffeins beteiligten und beschreibt sodann kurz die zur Bestimmung des Coffeins verwendeten 21 Methoden. Diese werden sodann je nach ihrem Prinzip klassiert (Spektrophotometrie, Gravimetrie, Titrimetrie, Iodometrie, Kolorimetrie, Azeotropextraktion) und die von jedem Labor mittels der verschiedenen Methoden erzielten Resultate werden in Vergleichstabellen gruppiert.

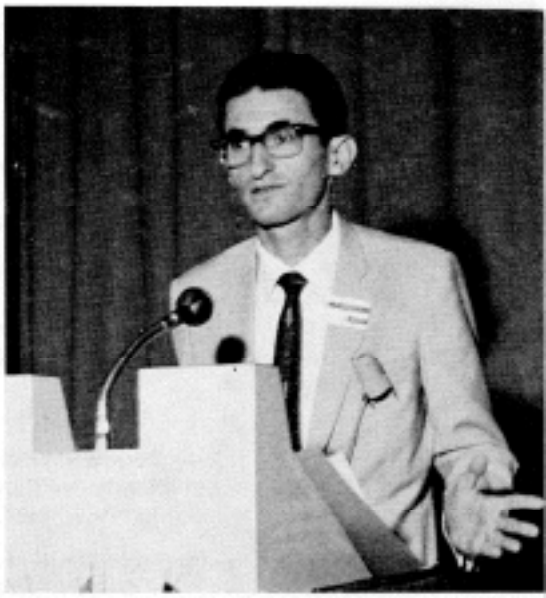
WILLEMS (J. J. L.). — **Informe del grupo de trabajo sobre la dosificación de la cafeina.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 97-105, tabl., réf.

El relatador presenta primero la lista de los laboratorios que participaron en los análisis de la caféina contenida en una muestra de café verde proporcionada por el I.F.C.C. ; luego describe brevemente los 21 métodos utilizados para la determinación de la cafeina. Estos métodos se clasifican después según su principio (espectrofotometría, gravimetría, dosimetría, yodometría, colorimetría, extracción aceotrópica) y los resultados obtenidos por cada laboratorio con los diferentes métodos escogidos se agrupan en cuadros comparativos.

WILLEMS (J. J. L.). — **Relatório do grupo de trabalho sobre a dosagem da cafeina.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 97-105, tabl., réf.

O relator apresenta, em primeiro lugar, a lista dos laboratórios que participaram na cadeia de análise da cafeina, contida numa amostra de café cru, fornecida pelo I. F. C. C. Depois, faz uma breve descrição dos 21 métodos empregados para a determinação da cafeina. Os métodos são a seguir classificados segundo o seu principio (espectrofotometria, gravimetria, titrimetria, iodometria, colorimetria, extracção azeotropica) e os resultados obtidos por cada laboratório com os diferentes métodos empregados são agrupados em quadros comparativos.

VARIATIONS OF THE CAFFEINE CONTENT IN COFFEE BEVERAGES



F. VERLENGIA

F. VERLENGIA, A. RIGITANO, J. P. NERY, A. TOSELLO
Tropical Centre for Food Research and Technology, Campinas, Brazil

INTRODUCTION

In the literature available to us we found only isolated works (1, 7, 4, 6 and 2) on : roasting, grinding, composition of the water and preparation of the beverage related to the extraction of caffeine and of soluble solids, and to the quality of the beverage.

It seemed interesting to us to combine in only one paper the study of the influence of roasting and grinding on the caffeine and soluble solid contents in coffee beverages prepared according to three different processes : percolator, coffee sack (strainer) and « espresso » machine. In this way we tried to obtain the different beverages prepared by the great majority of coffee consumers since it is known that coffee is the most popular beverage in half of the world.

MATERIAL AND METHODS

The raw material used was coffee of the *Coffea arabica* species, variety Mundo Nôvo, produced in the region of Mococa, State of São Paulo, Brazil. The beans were dried as whole (« côco ») by sun drying process and the dried beans were decorticated (« beneficiado »). Decorticated beans passing through a n° 16 coffee sieve were used. The sample was homogenized in a « Boerner » homogenizer. Three different roastings — light, medium and dark — were done in a 500 g capacity electric laboratory roaster (Rod-Bel S/A - São Paulo). A 200 g coffee sample was roasted each time until we had about 6 kg of roast coffee for each roasting. The initial temperature in the roaster was 260 °C. The average roasting time was 6 1/2, 8 1/2 and 9 1/4 minutes for the light, medium and dark roastings, respectively.

The average temperatures at the end of each roasting were 177.5 °C, 190 °C and 202 °C and the weight losses during roastings were 14.4, 17.4 and 22.0 % for the light, medium and dark roastings, respectively. The coffee used in each roasting was divided into two equal parts after homogenization in a « Boerner » homogenizer. The coffee was ground in an Italian-made « Fiorenzato » coffee mill of 1,600 r. p. m. Two different coffee grinds were set and the characterization was obtained in the following conditions : 50 g of ground coffee were agitated in a mechanical agitator of 200 vibrations per minute during 5 minutes and « Tyler » sieves n°s 10, 14, 20 and 28 were used (13). Table I indicates the percentage of particles retained in the sieves.

The ground coffee was kept in airtight glass jars which were stored at — 15 °C.

Three processes were used in the preparation of coffee as a beverage : percolator, sack (strainer) and « espresso » machine.

The proportion of ground coffee to water was 70 g/litre in the three processes.

The water utilized was the water normally used by the population of the city of Campinas, State of São Paulo, Brazil, instead of distilled water. The « espresso » machine used belongs to a local coffee shop and its installation didn't make it possible to use distilled water. This is the reason why non-distilled water was used in the preparation of the beverage in all the processes.

The characteristics of the water used were the following : pH = 7.5 ; bicarbonate (as HCO_3) 27 p. p. m. ; chlorine 0.45 %.

Processes

1. — **Percolator** - of the type generally used in the United-States of America. The aluminium percolator was of 1 litre capacity. The dimensions of the percolator basket were : diameter, 90 mm ; depth, 45 mm ; and holes (perforations) were of 1 mm diameter.

The water was placed into the percolator and then heated to boiling point (97 °C). After this, the basket containing the ground coffee was put into the percolator, which was then covered and the percolator continued on receiving heat for 6 minutes more.

2. — **Cotton flannel sack** (strainer) - of the type used in Brazil. The cotton flanel sack used had 168 mesh/cm².

The ground coffee was placed in a beaker and water at 90°-91 °C was added to it ; the mixture was stirred by means of a glass stirrer for 30 seconds and the infusion was strained through the sack (strainer). The whole operation was 2 minutes long. The temperature of the beverage was 73°-74 °C.

3. — « **Espresso** » **machine** - Italian type, HMC brand (Milan-Italy) with the possibility of obtaining eight cups simultaneously, two at a time, the duration of the contact water/ground coffee being 15 seconds. The average temperature of the beverage was 79 °C.

The perforated basket for ground coffee measures : 55 mm diameter ; 30 mm depth ; with 25 holes (perforations) per square centimeter.

Each process of preparation of the beverage was repeated three times. After each repetition the beverage was cooled down to room temperature and the volume was measured. The three repetitions were mixed together, homogenized and filtered through filter paper S & S n° 597.

The experiment was run twice, from the preparation of the beverage to the analytical determinations.

TABLE I

Roast coffee grinds

Coffee	Retained Particles %		
	« Tyler » sieves n°		
Grinds	10 and 14	20 and 28	Pan
(A) Fine.....	9 ± 2	36 ± 2	55 ± 1
(B) Coarse ..	57 ± 2	28 ± 2	15 ± 1

TABLE II

Moisture, caffeine and soluble solids (%) in the coffee beans before and after roasting

Roasting Grade	Moisture %	Caffeine %		Soluble solids %	
		Fresh weight	Dry weight	Fresh weight	Dry weight
Raw Coffee .	10.74	1.14	1.28	25.83	28.93
Light.....	2.49	1.34	1.37	23.42	24.02
Medium	2.31	1.31	1.34	23.27	23.82
Dark	1.83	1.17	1.19	24.94	25.40

TABLE III

Soluble solid content (%) in coffee beverages

Preparation Method	Replication	Roasting and Grinding grades*					
		Light		Medium		Dark	
		A	B	A	B	A	B
« Coffee sack»	R 1	1.46	0.97	1.35	0.91	1.34	1.12
	R 2	1.49	0.93	1.44	0.94	1.44	1.09
Percolator	R 1	1.74	1.26	1.47	1.16	1.62	1.08
	R 2	1.77	1.47	1.77	1.35	1.63	1.13
« Espresso » machine	R 1	1.25	0.74	1.07	0.77	1.01	0.88
	R 2	1.38	0.73	1.23	0.75	1.21	0.94

* A and B represent the grinding grades (see Table I).

Determination of moisture

a) **in raw coffee** — 2 g of ground coffee passing through a « Tyler » sieve, n° 28, were put into an aluminium capsule and ovendried at 105 °-110 °C for 16 hours.

b) **in roast coffee** — according to A. O. A. C. (5).

Determination of soluble solids

a) **in raw and roast coffee** — 10 g of roast coffee passing through a « Tyler » n° 28 sieve were weighed in a 250 ml beaker. The beaker and the sample were weighed and 95 ml of boiling water (97 °C) were added to the ground coffee ; the mixture was stirred during 1 minute when roast coffee was being used, and was boiled for 20 minutes when raw coffee was used. The infusion cooled down to room temperature and enough water was added in order to have an infusion containing 100 g of water. Such infusion was filtered through S & S n° 597 double filter paper.

Twenty of the filtered infusions were weighed in a 50 ml beaker and placed in an oven at 105 °-110 °C during 14 hours.

b) **in coffee beverages** — 20 ml of the beverage were weighed and the procedure was the same as the one mentioned above.

Caffeine was determined by the SMITH and REES spectrophotometric method (11) modified by CONACHER and REES (3).

RESULTS

The data obtained are gathered in tables II, III, IV, V and VI.

The analysis of the variance of **caffeine** content (table V) showed the following :

1. linear and positive effect, highly significant, of the texture of the particles of ground coffee ;

2. a highly significant effect of the method of preparation of the beverage ;

3. linear and negative effect, significant, of the roasting ;

4. highly significant effect of the interactions : texture of particles × roasting and texture of particles × method of preparation.

The analysis of the variance of **soluble solid** contents (table VI) showed the following :

1. linear and positive effect, highly significant, of the texture of particles ;

2. the occurrence of a linear negative and quadratic effect, highly significant, of the roasting on the content of soluble solids in the beverage ;

3. a highly significant effect of the interactions : texture of particles × roasting, method of preparation × roasting, and method of preparation × texture of particles × roasting.

The coefficient of variation in the case of caffeine was 7.13 % ; for soluble solids this coefficient was practically zero. There was a highly significant correlation ($r = 0.929^{**}$) between the caffeine and soluble solid contents in the beverage.

CONCLUSIONS AND DISCUSSIONS

According to PRESCOTT (10) roast coffee contains more caffeine than raw coffee. UKERS (12) found that the percentage of caffeine decreases according to the intensity of the roasting and that at the point of carbonization it is practically inexistent (null). NAVELLIER and BRUNIN (8) showed that the caffeine content really decreased during roasting due to volatilization, but if we consider only the apparent variation we can see a slight increase in the content of this alkaloid during roasting.

In **our results** (table II) considering only the apparent variation, we have observed higher caffeine content in roast coffee in relation to raw material. Regarding roast coffee we can observe that the content of this alkaloid decreased with the intensity of roasting.

Concerning soluble solids, the more roasted sample (dark roasting) showed higher content (table II). Taking the grinding into consideration LOCKHART (6) found that the amount of soluble solids extracted from the coffee grinds varies inversely with the particle size : the smaller the particle, the greater the extraction.

BARTELLI (1) found that in coffee beverages prepared by various methods the amount of caffeine extractible by infusion is larger if the ground coffee is relatively coarse. NIVEN (9) observed that the percentage of caffeine extraction increased with the increase of the quantity of particles of fine texture in the ground coffee.

Our data (tables III and IV) showed that :

In the beverage prepared with finely ground coffee by the three processes, both soluble solids and caffeine

TABLE IV

Caffeine content (%) in coffee beverages

Preparation Method	Replication	Roasting and Grinding Grades*					
		Light		Medium		Dark	
		A	B	A	B	A	B
« Coffee sack »	R 1	0.06977	0.04629	0.06780	0.04487	0.06340	0.05332
	R 2	0.07323	0.04481	0.07070	0.04536	0.06413	0.05141
Percolator	R 1	0.08178	0.06338	0.06590	0.05869	0.06414	0.05731
	R 2	0.08236	0.07210	0.08097	0.07073	0.06877	0.06357
« Espresso » machine	R 1	0.06600	0.03242	0.06317	0.03398	0.06049	0.04154
	R 2	0.07165	0.02998	0.06160	0.03625	0.06160	0.04154

* A and B represent the grinding grades (see Table I).

TABLE V

Analysis of variance of the caffeine content in the beverages

Source	S. S.	D. F.	M. S.	F
Total	7,286.63	35		
Grinding	3,401.03	1	3,401.03	191.82**
Roasting	157.00	2	78.50	4.42*
L. roasting	115.06	1	115.06	6.49* (—)
Q. roasting	41.94	1	41.94	2.37
Preparation method	2,216.15	2	1,108.68	62.50**
Grind. × Roast.	357.52	2	178.76	10.08** (—)
Grind. × Prep. meth.	315.24	2	257.62	14.53**
Prep. meth. × Roast.	197.47	4	49.37	2.78
Prep. meth. × Grind. × Roast.	123.02	4	30.75	1.73
Residual error	319.20	18	17.73	

* Significance 5 %
** Significance 1 %
S. S. Square sum
D. F. Degree of freedom
M. S. Mean square
F. Frequency
L. roasting = Linear roasting
Q. roasting = Quadratic roasting

TABLE VI

Analysis of variance of the soluble solid content in the beverages

Source	S. S.	D. F.	M. S.	F
Total	3.096 6	35		
Grinding	1.513 0	1	1.513 0	796.32**
Roasting	0.045 7	2	0.022 9	12.05**
L. Roasting	0.020 0	1	0.020 0	10.53** (—)
Q. Roasting	0.025 7	1	0.025 7	13.53**
Preparation method	1.232 1	2	0.616 1	324.26**
Grind. × Roast	0.040 7	2	0.020 3	10.68** (—)
Grind. × Prep. meth.	0.002 3	2	0.001 2	0.63
Prep. meth. × Roast.	0.056 2	4	0.014 0	7.37**
Prep. meth. × Grind. × Roast.	0.177 7	4	0.044 3	23.32**
Residual error	0.033 5	18	0.001 9	

* Significance 5 %
** Significance 1 %
S. S. Square sum
D. F. Degrees of freedom
M. S. Mean square
F. Frequency
L. roasting = Linear roasting.
Q. roasting = Quadratic roasting.

contents decreased with the intensity of the roasting (figures I and III). For the caffeine content this can be explained since the less roasted coffee presented higher caffeine content than the more roasted one. For soluble solids we should expect the contrary, since the darker roasted sample presented higher soluble solid contents (table II).

In the beverage prepared with coarsely ground coffee, both soluble solids and caffeine contents decreased with the intensity of the roasting when the beverage was prepared in the percolator. The opposite happened when the beverages were prepared with coarsely ground coffee, using both the coffee sack and the « espresso » machine.

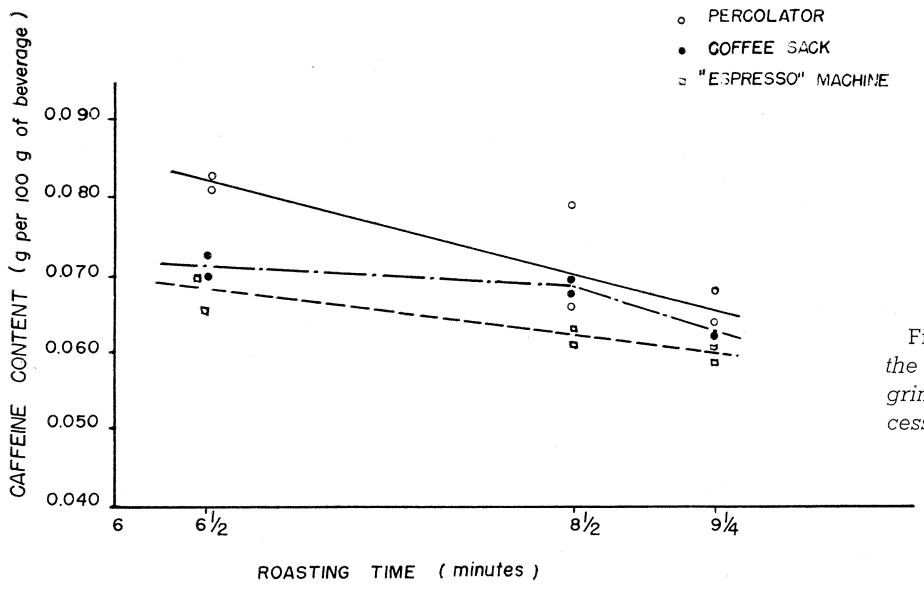


Fig. 1. — *Caffeine content in the beverage prepared with fine grind coffee by different processes*

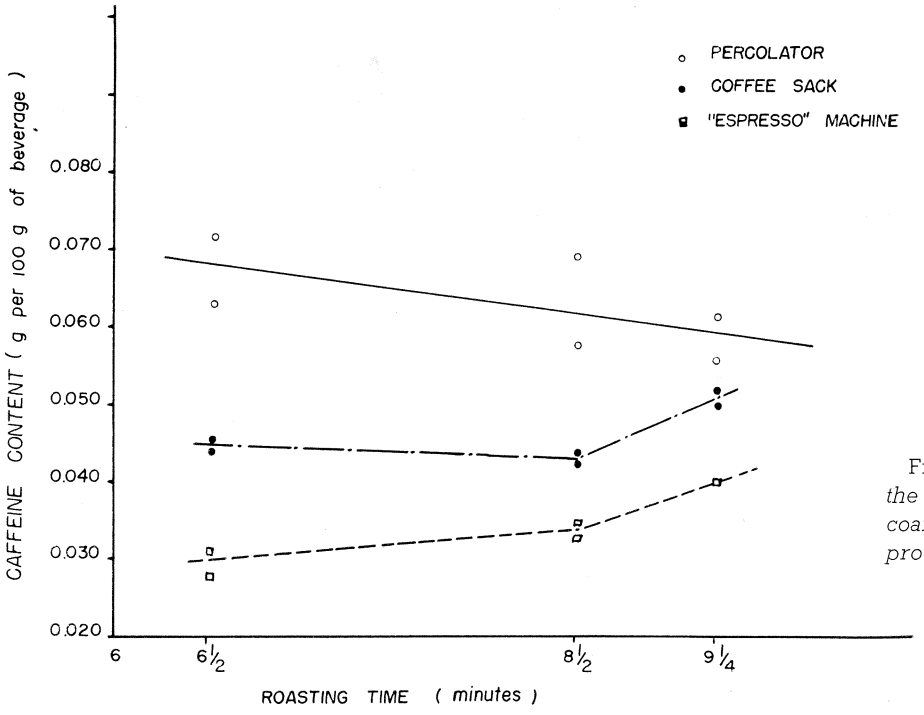


Fig. 2. — *Caffeine content in the beverage prepared with coarse grind coffee by different processes*

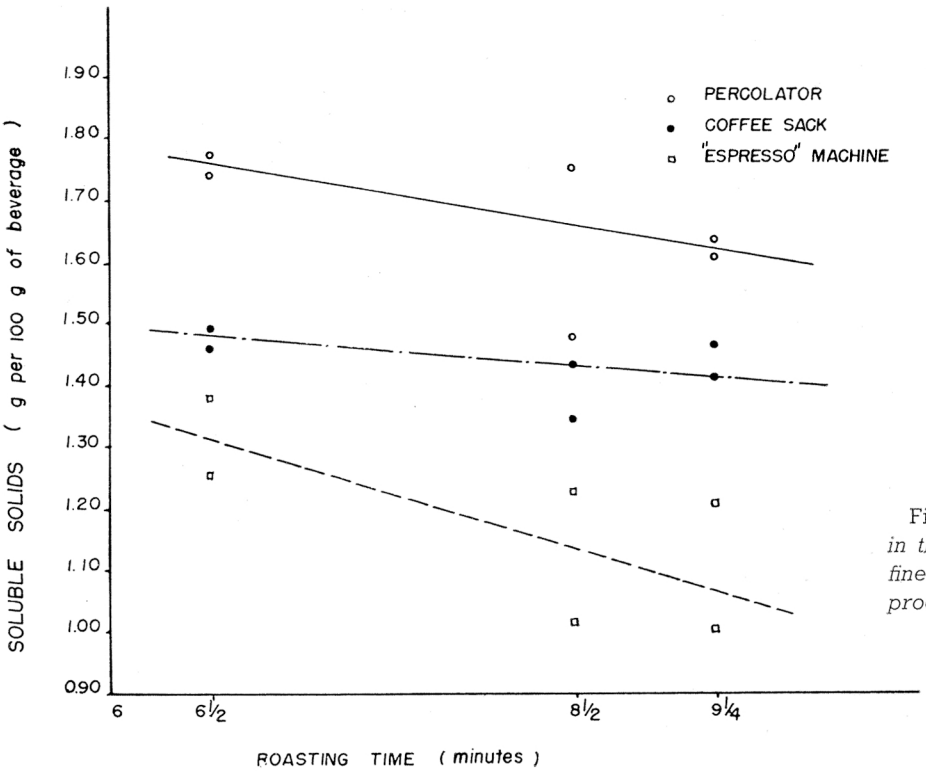


Fig. 3. — *Soluble solid content in the beverage prepared with fine grind coffee by different processes*

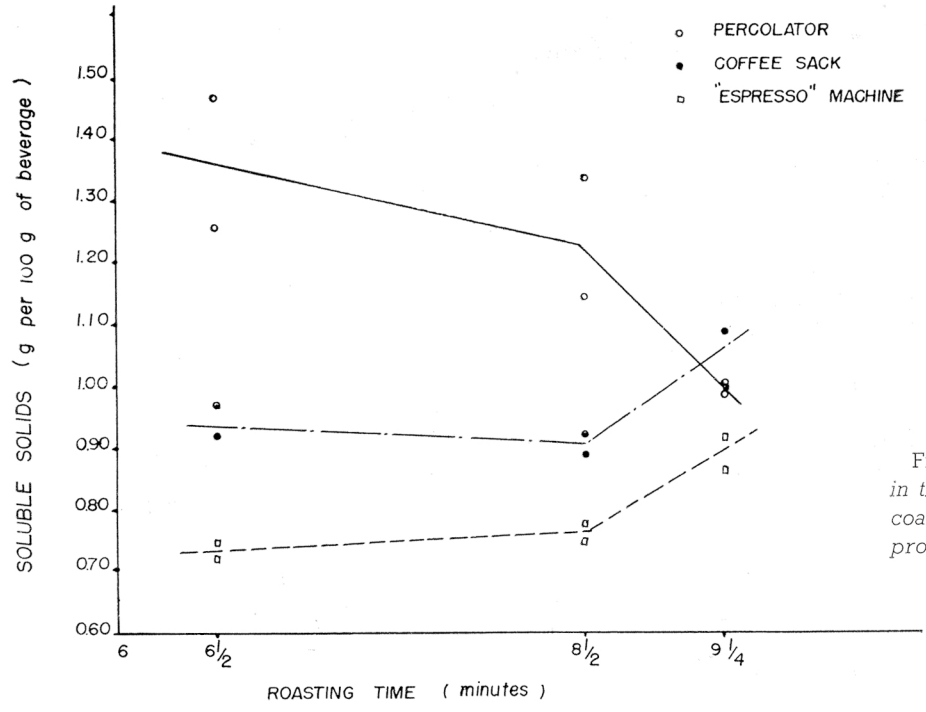


Fig. 4. — *Soluble solid content in the beverage prepared with coarse grind coffee by different processes*

The processes for the preparation of the beverage influenced the caffeine and soluble solid contents — the percolator extracted more than the coffee sack (strainer) and the coffee sack extracted more than the « espresso » machine (tables III and IV ; figures I, II, III and IV).

This is due to the differences of temperature and of time of contact of the water with the ground coffee, which are inherent to each of the processes used in the preparation of the beverage.

We wish to express our sincere gratitude to our colleague Fernando A. S. Coelho for his assistance in this work.

REFERENCES

1. BARTELLI, E. — Caffeine content of infusion of coffee prepared by various methods. *Boll. chim. farm.*, **94,** 138 (1955).
2. MERRITT, M. C. and PROCTOR, B. E. — Some changes in coffee during roasting. C. B. I., N. Y., publication nº 46 (1959).
3. CONACHER, H. B. S. and REES, D. I. — The spectro-photometric determination of caffeine in coffee-chicory mixtures : Removal of hydroxy-methylfurfural by bisulphite. *Analyst*, **89,** 806 (1964).
4. GARDNER, D. G. — Water composition and coffee brewing. *Food Research*, Vol. 23, nº 1, 76 (1958).
5. J. Assoc. Offic. Agr. Chemists. — Methods of Analysis, 182, 9th Ed., Washington 4, D. C. (1960).
6. LOCKHART, E. E. — Characteristics of coffee relating to beverage quality. The C. B. I., Inc., N. Y. Publication nº 40 (1959).
7. LOCKHART, E. E., TUCKER, C. L. and MERRITT, M. C. — The effect of water impurities on the flavor of brewed coffee. The C. B. I., Inc. N. Y. Publication nº 6 (1956).
8. NAVELLIER, P. and BRUNIN, R. — Evolution quantitative de quelques constituants fixes du café au cours de la torréfaction. *Café, Cacao, Thé*, Vol. VI, nº 1, 47 (1962).
9. NIVEN, Jr., W. W. and SHAW, B. C. — Critical conditions for quantity coffee brewing. The C. B. I., Inc. N.-York. Publication nº 19 (1957).
10. PRESCOTT, S. C. — Report of an investigation on coffee. Joint Trade Publicity Committee, N. Y. (1924).
11. SMITH, R. F. and REES, D. I. — The spectrophotometric determination of caffeine in coffee and tea products, with special reference to coffee and chicory mixtures. *Analyst*, **88,** 310 (1963).
12. UKERS, W. H. — All about coffee. 2nd. Ed. N. Y. (1935).
13. U. S. D. of Commerce. Coffee grinds. Simplified practice recommendation R 231-48 (1948).

DISCUSSION

M. ILLY : On note une contradiction entre la teneur en caféine de la boisson préparée avec une machine « espresso » et la teneur réelle du café employé. Ceci est probablement dû au fait que :

1) le « gâteau » de café devait avoir une très faible résistance et que l'eau est passée très vite,

2) la préparation du « gâteau » de café a été meilleure avec le café fortement torréfié et finement moulu, ce gâteau présentant une plus grande résistance et permettant une extraction poussée.

En effet, le café fortement torréfié, qui contient moins de caféine que le café de torréfaction claire, a donné une boisson plus riche en caféine que le café de torréfaction claire. Ceci vient de ce que le café fortement torréfié est plus riche en huiles qui agglutinent les particules et rendent le gâteau de café plus compact.

— M. VERLENGIA : We used a concentration of 70 g of coffee per litre ; this is the concentration used in the United States. In Brazil we use twice this amount. We also made experiments using 140 g of ground coffee per litre in an espresso machine, but I don't have the results yet. We do not expect to get twice more caffeine and twice more soluble solids ; we would get about 85 % more. The espresso machine also extracts less than the coffee sack.

I would say that if we could do the same experiments with the percolator, we may find that the percolator extracts more than these other two processes.

M. ILLY : This difficulty of making comparison between the different systems of percolation including espresso is due to the fact that espresso machine needs a perfect adaptation of the cake to the characteristics of the machine. You cannot take a standard system of grinding or of roasting. You have to adapt the grinding degree, the roasting degree and the quantity to the characteristics of the machine to get right results. Otherwise you have a system which is not really the espresso system : you use the espresso machine to get a fast percolated coffee, not a real espresso. In the espresso you must have a cake the resistance of which is rather similar to the pressure you apply ; the flow has to be very slow.

You have a time of 15 seconds ; it means that your flow was very fast.

— M. VERLENGIA : The experiment is valid in the conditions it has been done. I would not say that it could be generalized.

M. NAVELLIER : J'ai écouté avec beaucoup d'intérêt la communication de M. VERLENGIA. Je voudrais seulement lui poser deux questions de détail :

1) Le volume de liquide par rapport au café moulu est-il l'eau mise en œuvre ou la boisson obtenue ?

2) La perte à la torréfaction a-t-elle été indiquée, pour permettre le calcul de l'évolution de la caféine ?

— M. VERLENGIA : You are right, with the different processes we get a different amount of beverage. But we did not consider this point. Our aim was to compare the processes.

About caffeine content of roasted coffee, we were only interested in having the caffeine content of the three types of roasting and did not calculate on the raw coffee basis. But you are right in your suggestion.

VERLENGIA (F.), RIGITANO (A.), NERY (J. PIO), TOSELLO (A.). — **Variations de la teneur en caféine du café boisson.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 106-114, fig., tabl., réf.

Le but du travail était la détermination de la teneur en solides solubles totaux et en caféine de la boisson de café, obtenue par différentes méthodes de préparation, et en fonction du degré de torréfaction et du degré de mouture.

On a employé du café Arabica (variété « Mundo Novo ») de torréfaction claire, moyenne et foncée. Deux catégories de café moulu ont été étudiées. Les procédés employés pour la préparation de la boisson ont été les suivants : 1° Percolateur, du type employé aux Etats-Unis, 2° filtre de flanelle, du type employé au Brésil, 3° machines espresso du type italien.

Les résultats d'analyse montrent que :

a) Les teneurs en solides solubles de la boisson augmentent avec l'intensité de torréfaction,

b) La boisson obtenue à partir des cafés moulus le plus finement présente une plus grande teneur en solides solubles que celle obtenue à partir des cafés moulus le plus grossièrement, dans les trois catégories de torréfaction,

c) Les procédés de préparation de la boisson semblent avoir une influence sur la teneur en solides solubles : le percolateur extrait davantage de solides solubles que le filtre de flanelle, et celui-ci davantage que la machine espresso,

d) La boisson obtenue à partir des cafés moulus le plus finement présente une plus grande teneur en caféine que celle obtenue à partir des cafés moulus le plus grossièrement, dans les trois catégories de torréfaction,

e) Les procédés de préparation de la boisson semblent avoir aussi une influence sur la teneur en caféine : la percolation extrait plus de caféine que le filtre de flanelle et celui-ci davantage que la machine espresso.

VERLENGIA (F.), RIGITANO (A.), NERY (J. PIO), TOSELLO (A.). — **Variations of the caffeine content in coffee beverages.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 106-114, fig., tabl., réf.

The aim of the investigation was the determination of the total soluble solid and caffeine contents of the coffee beverage obtained through different equipments and from coffees of different roast and grind degrees.

The material used was Arabica coffee (« Mundo Novo » variety) of light, medium and dark roast. Two categories of ground coffee were studied. The following processes were used for brewing coffee : 1) Percolator, of the standard type used in the U. S. A., 2) flannel filter, of the type used in Brazil, 3) espresso equipment, italian standard.

The results of the analyses show that :

a) the soluble solids content of the coffee brew increases with the degree of roast,

b) the brew obtained from fine coffee grinds contains a greater quantity of soluble solids than the one obtained from coarse coffee grinds, and this occurs for the three degrees of roast,

c) coffee brewing equipments seem to have an influence on the soluble solid content of the beverage : the percolator extracts more soluble solids than the flannel filter which extracts more of them than the espresso device,

d) the brew obtained from fine coffee grinds contains more caffeine than the one obtained from coarse coffee grinds, and this for the three degrees of roast,

e) coffee brewing equipments seem to have also an influence on the caffeine content of the beverage : percolation extracts more caffeine than a flannel filter, and this filter more than the espresso equipment.

VERLENGIA (F.), RIGITANO (A.), NERY (J. PIO), TOSELLO (A.). — **Schwankung des Coffeingehalts des Kaffeegetränkes.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 106-114, fig., tabl., réf.

Zweck war die Bestimmung des Gehalts an löslichen Gesamtfeststoffen und an Coffein des auf verschiedenen Zubereitungsarten erhaltenen Kaffeegetränkes auf Grund des Röstungsgrades und des Mahlungsgrades.

Verwendet wurden Arabica (Sorte « Mundo Novo ») heller, mittlerer und dunkler Röstung. Zwei Kategorien Kaffeemehl wurden geprüft. Als Verfahren zur Zubereitung des Kaffeegetränkes wurden verwendet : 1. Eine Kaffeemaschine wie sie in den Vereinigten Staaten gebräuchlich ist, 2. Ein Flanellfilter ähnlich denjenigen die in Brasilien verwendet werden, 3. Eine Expressmaschine vom italienischen Typ.

Die Analysenergebnisse beweisen dass :

a) der Gehalt an löslichen Feststoffen des Getränkes mit der Intensität der Röstung zunimmt,

b) das aus am feinsten gemahlenem Kaffee erhaltene Getränk einen grösseren Gehalt an löslichen Feststoffen bei den drei Arten von Röstung aufweist als das aus am grobsten gemahlenem Kaffee erhaltene Getränk,

c) die Verfahren für die Getränkezubereitung den Gehalt an löslichen Feststoffen zu beeinflussen scheinen : die Kaffeemaschine extrahiert mehr lösliche Feststoffe als der Flanellfilter und dieser wieder mehr als die Expressmaschine,

d) das aus am feinsten gemahlenem Kaffee erhaltene Getränk einen grösseren Gehalt an Coffein bei den drei Arten von Röstung aufweist als das aus am grobsten gemahlenem Kaffee erhaltene Getränk,

e) die Verfahren für die Getränkezubereitung ebenfalls einen Einfluss auf den Gehalt an Coffein zu haben scheinen : die Kaffeemaschine extrahiert mehr Coffein als der Flanellfilter und dieser mehr als die Expressmaschine.

VERLENGIA (F.), RIGITANO (A.), NERY (J. PIO), TOSELLO (A.). — **Variaciones del contenido de cafeína en el café (bebida).** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 106-114, fig. tabl., réf.

El presente estudio tuvo por objeto determinar el contenido de sólidos solubles totales y de cafeína en la bebida obtenida con varios métodos de preparación y en función del grado de tostadura y del grado de molienda de los granos.

Se utilizó café arabica (variedad « Mundo Novo ») que fué sometido a tostaduras respectivamente clara, mediana y oscura. Fueron estudiadas dos clases de café molido. Para la preparación de la bebida se adoptaron diferentes procedimientos : 1º percolador de tipo estadounidense, 2º filtro de franela, tipo utilizado en el Brasil, 3º máquinas « espresso » de tipo italiano.

Los resultados de los análisis muestran que :

a) los contenidos de sólidos solubles van aumentando con la intensidad de tostadura,

b) la bebida obtenida con los cafés molidos de modo más fino presenta, en las tres clases de tostadura, un mayor contenido de sólidos solubles comparada con la bebida hecha con los cafés molidos de modo más grosero,

c) los procedimientos de preparación de la bebida parecen influir sobre el contenido de sólidos solubles : el percolador de tipo estadounidense extrae más sólidos solubles que el filtro de franela y éste más que la máquina « espresso ».

d) la bebida obtenida con los cafés molidos de modo más fino presenta un mayor contenido de cafeína que la obtenida con los cafés molidos más groseramente, en las tres clases de tostadura,

e) influyen también sobre el contenido de cafeína los modos de preparación de la bebida : el percolador de tipo estadounidense extrae más cafeína que el filtro de franela y éste más que la máquina « espresso ».

VERLENGIA (F.), RIGITANO (A.), NERY (J. PIO), TOSELLO (A.). — **Variaçẽs do teor em cafeína da bebida de café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 106-114, fig., tabl., réf.

A finalidade do trabalho era a determinação do teor em sólidos solúveis totais e em cafeína da bebida de café, obtida por diferentes métodos de preparo e ainda em função do grau de torra e do grau de moenda do próprio grão.

Utilizou-se café Arábica (variedade Mundo Novo) de torra clara, média e escura. Estudaram-se dois tipos de café moído. Os processos usados no preparo da bebida foram os seguintes : 1º Percolador, do tipo utilizado nos Estados Unidos, 2º filtro de flanela, do tipo comum no Brasil, 3º máquinas espresso do tipo italiano.

Os resultados da análise mostram que :

a) Os teores em sólidos solúveis da bebida aumentam com a intensidade da torra,

b) A bebida, obtida a partir dos cafés de moenda fina, apresenta nas três categorias de torra um teor em sólidos solúveis mais elevado do que a obtida a partir dos cafés de moenda grossa,

c) Os processos de preparo da bebida parecem ter influência sobre o teor em sólidos solúveis : o percolador extrai mais sólidos solúveis que o filtro de flanela e este mais do que a máquina espresso,

d) A bebida, obtida a partir de cafés de moenda fina apresenta, e isto nas três categorias de torra, um maior teor em cafeína do que a obtida a partir dos café de moenda grossa,

e) Os processos de preparo da bebida parecem ter também influência sobre o teor em cafeína : o percolador extrai mais cafeína do que o filtro de flanela e este mais do que a máquina espresso.

LA DÉSIGNATION DES QUALITÉS ORGANOLEPTIQUES DU CAFÉ

J. LE MAGNEN,
C. N. R. S., Paris

La rédaction récente du « Vocabulaire technique français des qualités organoleptiques et de la dégustation », à laquelle a participé M. R. WILBAUX en ce qui concerne le café, a fait apparaître à ses auteurs toutes les difficultés et l'importance que revêt la terminologie dans ce domaine. Ces difficultés sont celles des méthodes elles-mêmes, car toute analyse et la science en général ne se font que dans et par un langage approprié.

Le langage très empirique utilisé jusqu'à présent dans la dégustation du café, comme dans celle de nombreux autres produits, révèle une première et importante confusion de méthodes. Deux types très distincts d'analyse des qualités organoleptiques peuvent être pratiqués et doivent l'être séparément suivant des terminologies différentes. Dans l'analyse descriptive on cherche à spécifier le complexe de qualités organoleptiques par la séparation, la désignation objective et, si possible, la quantification des diverses composantes de ce complexe. Dans l'analyse appréciative (qui se fait logiquement dans un second temps) le complexe, compte tenu de la présence spécifiée de ces diverses composantes subjectives, est jugé affectivement dans l'échelle du bon et du mauvais par rapport aux préférences ou « goût » (dans le sens affectif du mot) d'une population donnée de consommateurs. L'analyse descriptive est un problème de psycho-physique et son vocabulaire est nécessairement celui de la physiologie sensorielle. L'analyse appréciative est du domaine des jugements affectifs et d'appétibilité et de son vocabulaire particulier.

Dans la recherche d'une spécification et d'une désignation appropriée des qualités organoleptiques du café, on ne doit pas oublier que les qualités organoleptiques sont les propriétés du produit comme stimulus des organes sensoriels bucconasopharyngés, intéressés au cours de l'ingestion. La séparation des diverses composantes et leur désignation respective seront donc guidées par les connaissances que nous avons sur les capacités d'analyse et de discrimination de ces organes et la nature des stimuli auxquels ils répondent. La distinction par exemple de plusieurs types d'amertume et leur désignation respective par les divers corps chimiques amers, présents dans un produit, seraient parfaitement vaines et inadéquates puisque nous savons que tous les stimuli amers sont confondus, non discriminés dans la gustation. Un premier classement terminologique est d'abord réalisable par rapport aux organes intéressés : gustatif (« goûts » au sens strict ou « saveurs »), olfactif (arôme), tactiles, trigéminaux et thermiques (fluidité, âcreté, âpreté, astringence, etc.).

L'isolement et la désignation des dualités gustatives posent peu de problèmes. Dans le café, l'amertume et l'acidité, la sucrosité éventuellement, sont identifiées sans équivoque. Elles peuvent l'être par rapport à des témoins qualitatifs : quinine, acide citrique, saccharose par exemple qui peuvent être utilisés également comme étalons d'évaluation quantitative suivant les méthodes développées par l'école de STEVENS,



LEWIS (1948), MAC LEOD (1952), BEEBE-CENTER (1948, 1949, 1959), EKMAN (1961) et autres. Seules la désignation et l'identification de l'acidité présentent une difficulté puisque M. WILBAUX signale que l'on distingue en français, comme deux composantes discriminables dans le café, l'acidité de l'aigreur. Cette dernière qualité est probablement mixte, comprenant l'acidité gustative vraie, commune à tous les acides, l'odeur propre d'un acide (acétique ou propionique) et les actions irritantes dues à l'action sur les terminaisons libres du trijumeau au sein des muqueuses buccales et pharyngées.

Une séparation normalisable des diverses fractions de l'arôme et leur désignation posent au contraire dans l'analyse organoleptique du café, comme dans celle de tous les autres produits, de difficiles problèmes. L'une des performances fonctionnelles caractéristiques de l'organe olfactif est de permettre la séparation et l'identification des innombrables molécules actives, c'est-à-dire odorantes, par autant d'odeurs subjectivement différentes. A première vue, il pourrait donc apparaître que la seule désignation rationnelle consisterait à identifier chaque sensation odorante présente et en principe discriminable dans l'arôme global, par le nom du corps chimique volatil responsable de cette sensation et dont la présence nous serait connue par l'analyse chromatographique, par exemple. La possibilité d'utiliser dans l'avenir un chromatogramme comme base d'un « aromagramme » n'est pas exclue. Mais elle n'est pas simple, car entre les très nombreux corps, présumés composants de l'arôme, que fractionne la chromatographie, interviennent dans le mélange et au point de vue des effets odorants des interactions quantitatives, mais aussi des interactions qualitatives : masquages, fusions et synthèses d'odeurs, qu'il serait au préalable nécessaire de connaître et de déterminer. En fait, telle composante très aisée à identifier par son odeur et à désigner par le nom chimique, lorsqu'elle agit seule, peut être complètement ignorée ou transformée dans le mélange. Sa recherche organoleptique dans ce mélange et sa désignation deviennent donc inutiles. A l'opposé d'une telle spécification basée sur l'analyse physico-chimique des stimuli, la désignation la plus courante des qualités organoleptiques de l'arôme se fait encore empiriquement et très couramment par analogie à des sources d'odeurs complexes et concrètes, connues de tous. C'est ainsi que l'on parle, dans la dégustation du café, d'une saveur ou d'un goût (on devrait dire d'un arôme ou d'une odeur) « herbeux », « terreux », « boisé », « boueux », « suiffeux », etc. Ces désignations basées sur la ressemblance à une source connue sont très générales dans l'analyse grossière de tous les complexes perceptifs (un cri perçant, une lumière fulgurante, le bleu marine, etc). Mais elles ne permettent évidemment pas une analyse objective reproductible et normalisable. Ces sources d'odeurs analogues sont des sortes de « témoins » ou « standards » qualitatifs. Mais ils sont non définis dans leur nature et leur nombre utilisés sur la base du souvenir et non du test de comparaison. Ils ont cependant le mérite de constituer des références subjectives universellement connues. Tel n'est pas le cas de toute une autre série de termes utilisés dans la dégustation du café et qui n'ont une signification que par l'appréciation individuelle d'un expert : ce sont les termes tels que : aromatique, corsé, parfumé, typé, etc. En attendant une exploitation possible des données de l'analyse chromatographique, une amélioration sérieuse de l'analyse et de la désignation pourrait être réalisée par la méthode des témoins qualitatifs définis. SCHUTZ (1964) a proposé récemment, sur la base d'une analyse factorielle des qualités odorantes, d'utiliser neuf corps chimiques purs comme standards de spécification qualitative applicables à tous les mélanges complexes d'odeurs. La part de chacune de ces composantes subjectives, désignée par le corps chimique témoin, dans l'arôme total est chiffrée par le sujet de 0 à 9. Un arôme donné serait ainsi spécifié et, d'après l'auteur, de façon reproductible par des sujets expérimentés, par une série de neuf chiffres. Cette tentative, renouvelée de celle plus ancienne de CROCKER et HENDERSON (1927), n'est pas raisonnablement applicable à tous les produits, du moins pour la différenciation fine de leurs diverses qualités. Mais la même méthode spécifiquement élaborée et appliquée à chaque produit reste valable. Dans le cas du café, il serait possible, sur la base des désignations actuelles par analogie à des sources diverses et quelconques, de choisir et de normaliser une série de témoins qualitatifs constitués par autant de corps chimiques purs. La présence ou l'absence de chacune de ces qualités odorantes représentées et désignées par ces témoins serait recherchée par l'expert et sa part dans l'arôme global notée suivant une échelle standard. Le choix de ces témoins imposerait bien entendu une étude préalable et n'aurait d'intérêt que s'il faisait l'objet, comme celui de tout étalon de référence, d'une entente internationale. Le choix du témoin de qualités comme : moisi, de caramel, girofle, de cire, de goudron, etc.. ne ferait aucune difficulté puisque l'on connaît des corps chimiques possédant à l'état pur ces qualités odorantes. Les témoins, et par conséquent la désignation de qualités comme : rioté, boisé, miel, vert, de cuir, etc., devraient au contraire faire l'objet d'une recherche. A défaut de corps purs reproduisant ces nuances, des mélanges standards pourraient être recherchés et fournir des témoins satisfaisants. Tous les termes tels que fort, faible, plat, neutre, terne sont évidemment à distinguer des précédents, dans la mesure où ils désignent un caractère d'intensité dont la spécification chiffrée pose d'autres problèmes que nous n'évoquerons pas ici.

Les sensations du domaine tactile et trigéminal : astringence, âcreté, âpreté, etc.. peuvent fort bien continuer à être désignées par de tels termes. Mais encore faut-il s'assurer que chaque expert donne bien le même nom à la même chose et là encore l'identification et la désignation par référence et comparaison à des témoins définis seraient utiles.

Une telle analyse des qualités organoleptiques et ces désignations concernent le café à la consommation, dit « à la tasse ». Son usage comme « spécification » d'un produit implique que la méthode de préparation et la température de dégustation soient standardisées, ce qui n'est pas actuellement le cas.

Une telle mise au point de spécifications descriptives, reproductibles par tous les experts, serait, on l'a vu, l'aboutissement de quelques études et ententes préalables. Mais elle représente elle-même le préalable indispensable et le point de départ de deux autres recherches complémentaires et non moins importantes. Ce sont d'une part celle de la cotation appréciative de chacun des éléments spécifiés en fonction du goût des diverses classes de consommateurs ; d'autre part, la recherche des corrélations entre ces qualités du produit à la consommation et les diverses caractérisations et analyses possibles sur les cafés torréfiés et les cafés verts.

BIBLIOGRAPHIE

BEEBE-CENTER, J. G., *J. Psychol.*, 1949, 28, 411-419.

BEEBE-CENTER, J. G., ROGERS, M. S., ATKINSON, W. A. et O'CONNELL, D. N., *J. exper. Psychol.*, 1959, **57**, 4, 231-234.

BEEBE-CENTER, J. G. et WADDELL, D., *J. Psychol.*, 1948, 26, 517-524.

CROCKER, E. C. et HENDERSON, L. F., *Amer. Perfum. Essential Oil Rev.*, 1927, 22, 3-11.

CROCKER, E. C. et HENDERSON, L. F., *Amer. Perfumer*, 1927, 22, 325-327 et 356.

EKMAN, G., *Scand. J. Psychol.*, 1961, **2**, 4, 185-190.

LEWIS, D. R., *J. Psychol.*, 1948, 26, 437-446.

MAC LEOD, S., *J. exper. Psychol.*, 1952, 44, 316-323.

SCHUTZ, H. G., *Ann. N. Y. Acad. Sci.*, 1964, **116**, 2, 517-526.

DISCUSSION

M. NOACHOVITCH : L'exposé magistral de M. LE MAGNEN est bien celui que l'on pouvait attendre d'un maître qui nous a apporté des données aussi remarquablement nuancées en matière d'appréciation physiologique.

La petite remarque que je vais faire ne doit en aucune manière être considérée comme une critique, même légère. L'exposé du Pr LE MAGNEN est d'ailleurs déjà suffisamment dense pour qu'il n'ait pas pu tout y intégrer. Je crois cependant, que s'agissant de dégustation, et plus particulièrement du café, il n'est pas tout à fait inutile de rappeler que lors du choix de dégustateurs, il faut se méfier de certains phénomènes, qui sont maintenant bien connus des généticiens, de ce qu'on a pu appeler la cécité gustative ou cécité olfactive. Il y a des variations génétiques individuelles qui sont bien connues depuis certaines expériences réalisées en 1932.

Vous avez notamment souligné ce qui concerne l'amertume et l'acidité ; ces éléments du goût ne posent pas de problèmes si l'on a pris la précaution de reconnaître les variations d'appréciation liées à ces phénomènes génétiques auxquels je viens de faire allusion.

— M. LE MAGNEN : Votre observation, Monsieur, est très juste ; je n'avais pas l'intention d'aborder le problème du choix des dégustateurs, mais dans le cas du café, le choix du dégustateur, notamment en ce qui concerne cette sensibilité vis-à-vis de l'amertume, est d'une grande importance, car grâce à des travaux considérables, qui constituent maintenant une littérature énorme, on a appris l'existence dans toutes les populations d'une différence de sensibilité envers les corps amers.

Ceci met en relief l'importance du fait que j'ai signalé au début de mon très bref exposé, c'est-à-dire l'importance des questions de physiologie sensorielle dans ce domaine. Il est évident que c'est sur la base des connaissances de physiologie sensorielle que peuvent s'élaborer des méthodes rationnelles d'analyse des qualités organoleptiques. Il est aussi évident que dans ce problème très particulier de la désignation que j'ai abordé, et à propos de ce goût amer, il serait absurde de tenter une analyse et une désignation de différents types d'amertume dans le café, par autant de corps témoins différents, puisque nous savons que l'organe gustatif est incapable de différencier les différents corps amers.

Voilà un exemple, faisant suite à celui de la cécité gustative, qui montre à quel point le préalable nécessaire de ces recherches sur les qualités organoleptiques est l'ensemble des connaissances de physiologie fondamentale et appliquée des organes sensoriels intéressés.

M. NAVELLIER : Des références olfactives à des corps d'odeur aussi intense que la pyridine ou les mercaptans sont-elles possibles ? Ne serait-il pas préférable de recourir à des mélanges ou à des produits de référence d'origine connue ?

— M. LE MAGNEN : Comme je l'ai précisé, je crois, il y a deux possibilités, qui actuellement apparaissent comme opposées, dont l'une est la possibilité de désigner certaines parts discriminées de l'arôme global du café par le nom chimique du corps volatil qui est réellement responsable de cette sensation.

Vous avez fait allusion au cas de la pyridine, des mercaptans, etc., c'est évidemment lorsque la chromatographie nous aura appris la présence de tel ou tel corps dans un produit donné, qu'on pourrait identifier l'odeur de mercaptan, l'odeur de pyridine, etc. et les désigner ainsi. C'est une possibilité pour l'avenir, mais qui ne se révélera peut-être que théorique et non applicable, car ces différentes odeurs, dont la chromatographie par fractionnement du produit total nous aura appris la présence, n'interviennent pas nécessairement dans l'arôme global ; elles peuvent être entièrement masquées, synthétisées. Vous savez que c'est une des lois des associations des corps odorants qu'à partir de l'association de deux, trois espèces chimiques, on peut aboutir à la synthèse d'une nouvelle odeur qui n'a rien à voir au point de vue qualitatif avec les trois composantes. La chromatographie pourra nous apprendre qu'il y a en présence de la pyridine, un acétate quelconque et un alcool en C_{12}, mais sera-t-il raisonnable de rechercher dans l'arôme global l'odeur de pyridine, l'odeur de mercaptan, l'odeur de l'alcool en C_{12}, si en réalité dans cet arôme global ne peuvent être discriminées par le sujet ou l'expert, les odeurs propres de ces molécules, mais une quatrième odeur qui est spécifique du mélange de ces trois corps ?

Finalement, la solution, la plus pratique et peut-être la seule possible, serait de faire le répertoire, ce qui a déjà été fait par M. WILBAUX, de l'ensemble des nuances odorantes qui ont déjà été effectivement discriminées par tous les connaisseurs de café et dont la liste est constituée par ce vocabulaire. Il resterait à améliorer ce vocabulaire, en substituant à la désignation par des sources ressemblantes, telles que le bois, le suif, etc. (qui a le défaut de ne pas permettre de comparaison), des témoins chimiques purs. C'est ainsi que le problème des témoins se pose : il est aisé dans certains cas, le gayacol par exemple pourra être le bon témoin de l'odeur de goudron identifiée par les experts dans certains cafés, mais il y aura une recherche plus difficile quand il s'agira de définir, par un mélange de corps chimiques purs, des qualités telles que celle de Rioté, ou de l'odeur de miel, etc.

Il y a là sans doute la méthode la plus raisonnable dans l'amélioration des pratiques actuelles et je soupçonne qu'on ne pourra pas aller au-delà. Même quand les travaux de la chromatographie seront avancés, on ne pourra jamais déterminer un aromagramme sur la seule base d'un chromatogramme.

M. REYMOND : Je remercie M. le Pr LE MAGNEN pour sa remarquable mise au point sur les qualités organoleptiques du café. Je voulais demander au Pr LE MAGNEN s'il ne croit pas que certaines caractéristiques organoleptiques des cafés pourraient être reproduites par adjonction d'un excès relatif de certains constituants aromatiques au café-boisson ?

M. LE MAGNEN : La méthode des additions, ou des soustractions, serait en effet une méthode possible. Celle des additions, pour déterminer dans quelle mesure une certaine fraction séparée par la chromatographie intervient réellement pour conditionner l'arôme global. Celle des soustractions est également efficace et pourrait être envisagée (bien qu'elle n'ait été que peu pratiquée jusqu'à présent) en faisant appel au processus d'adaptation. Vous savez que lorsqu'on stimule longuement l'organe olfactif par un corps chimique donné, intervient une fatigue qui est spécifique de la qualité sensorielle appartenant à ce corps adaptant. On peut très bien envisager, la présence de pyridine étant reconnue dans l'ensemble des corps volatils à la base des qualités organoleptiques du café, d'annuler la sensibilité de l'organe d'un expert pour la pyridine et de rechercher quelle est la modification entraînée par cette suppression dans la perception de l'arôme global. C'est une méthode possible.

— M. FLAMENT : Ainsi que le Pr LE MAGNEN l'a développé dans son exposé, il me semble très souhaitable de trouver ou plutôt de rechercher, des corps chimiques purs pouvant servir de standards dans la définition et dans la caractérisation de produits aussi complexes que le café. Le problème m'apparaît cependant particulièrement ardu dans l'état actuel de nos connaissances. En effet, comment se rapporter à des notions aussi complexes que les « notes goudronneuses, suiffeuses ou mielleuses », elles-mêmes susceptibles de variations considérables selon l'origine, le traitement antérieur du produit de référence lui-même ? Ces diverses notes étant déjà dues à des mélanges d'individus, il me semble préférable de « descendre » jusqu'au stade de la molécule chimique, c'est-à-dire jusqu'à l'individu lui-même. C'est alors qu'un nouveau problème se pose : comment définir les qualités organoleptiques de ce produit ? Les notions de mercaptan, phénol ou pyridine sont elles-mêmes complexes et si on goûte ces produits ou leurs homologues en ignorant leurs structures, on en qualifie les propriétés par des termes du type : vert, brûlé, noisette... Lorsque ces unités chimiques sont mélangées, certaines composantes s'additionnent et d'autres s'annulent : il devient alors impossible de retrouver et surtout de chiffrer la contribution des constituants.

Croyez-vous donc que l'on puisse trouver des produits à « notes organoleptiques » suffisamment pures pour servir de standards dans les problèmes de dégustation de produits naturels et ne craignez-vous pas que même alors on se retrouve devant des problèmes insolubles comme la détermination de la contribution de ces standards ?

— M. LE MAGNEN : Votre question est très intéressante, Monsieur, et très pertinente. En effet, j'ai rappelé la possibilité qui consiste à identifier par une odeur déterminée chacun des stimuli odorants, c'est-à-dire la possibilité d'identifier et de discriminer une quantité innombrable de molécules actives, mais cette individualisation moléculaire que permet l'organe olfactif va tantôt au-delà et tantôt en-deçà de l'unité moléculaire réelle. Certaines odeurs propres à une molécule définie sont encore elles-mêmes complexes et peuvent donner lieu à une analyse par différentes nuances. C'est le cas d'odeurs d'acétates, phénylacétates, etc... dans lesquelles interviennent à la fois une nuance fruitée, de cire, etc., qui peuvent faire elles-mêmes l'objet d'une analyse. C'est le cas encore de l'isobornéol, qui est une molécule bien définie, mais qui provoque une odeur facile à analyser en deux nuances : camphrée d'une part, moisie d'autre part. Il est évident qu'à ce moment-là l'usage d'un témoin chimique défini, ce témoin étant lui-même complexe et susceptible d'être l'objet d'une analyse, pose un problème. De tels standards seraient de très mauvais témoins. C'est la difficulté, dont je vous ai parlé, de cette recherche des bons témoins, cependant on peut facilement trouver des corps chimiques donnant l'odeur du camphre à l'état pur, de goudron à l'état pur. On pourrait adopter des conventions au sujet des odeurs fruitées et déclarer que telle odeur fruitée a pour témoin l'odeur de tel acétate. Un témoin est recherché pour chacune des qualités discriminables par un sujet normal et non pour chacune des molécules discriminées par la chromatographie sur l'arôme global.

LE MAGNEN (J.). — **La désignation des qualités organoleptiques du café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 115-120, réf.

On rappelle la nécessité de distinguer une analyse descriptive d'une analyse appréciative des qualités organoleptiques. La première est une « spécification » qualitative et quantitative du complexe de propriétés stimulatrices des organes sensoriels intéressés, que sont les qualités organoleptiques. La spécification qualitative implique d'une part la séparation et l'identification, d'autre part une désignation appropriée des diverses qualités discriminables et discriminées par un sujet normal.

Un premier classement séparatif et des désignations correspondantes se font par rapport aux organes intéressés : gustatif (goût proprement dit), olfactif (arôme), tactile. Les éléments du « goût » ne posent pas de problème. Des « témoins » qualitatifs de l'amertume et de l'acidité sont aisés à choisir. Le problème difficile est présenté par la séparation et la désignation des éléments de l'arôme. Entre la désignation idéale par les stimuli réels (identifiés par chromatographie) et la désignation empirique par analogie à des sources communes concrètes (ex. : herbeux, terreux), il serait possible d'effectuer une analyse et des désignations rationnelles par l'utilisation d'une série de « témoins » chimiques purs. C'est à partir d'une telle spécification reproductible et normalisée que pourraient être reprises les recherches d'une corrélation de ces qualités du produit à la consommation par rapport aux caractéristiques du produit torréfié et du café vert.

LE MAGNEN (J.). — **The designation of the organoleptic qualities of coffee.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 115-120, réf.

One is reminded of the necessity to distinguish a descriptive analysis of the organoleptic qualities from an appreciative one. The first is a qualitative and quantitative specification of the complex of the stimulating properties of the sensory organs concerned, which represent the organoleptic qualities. The qualitative specification implies on the one hand separation and identification, and on the other hand an appropriate designation of the various qualities capable to be discriminated by a normally discriminating person.

A first separative classification and corresponding designations are based on the organs concerned : gustatory (taste), olfactory (odour), tactile (touch). Tasting offers no difficulties. The choice of a qualitative standard of bitterness or sourness is easy. The difficulty occurs in the separation and classification of the various elements that make up the flavour. Between the ideal designation by the real stimuli (identified by gaz chromatography) and the empirical designation by analogous concrete sources (ex. : grassy, earthy), it should be possible to carry out rational analysis and classifications by means of a series of purely chemical standards. Starting from such standardized specifications and those able to be reproduced, the study of the correlation between these qualities of the edible product and the characteristics of the roasted and raw coffee could be re-examined.

LE MAGNEN (J.). — **Die Bezeichnung der organoleptischen Eigenschaften des Kaffees.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 115-120, réf.

Es wird auf die Notwendigkeit des Unterschieds zwischen einer beschreibenden und einer einschätzenden Analyse der organoleptischen Eigenschafien hingewiesen. Bei der Ersten handelt es sich um eine qualitative und quantitative « Spezifizierung » des Komplexes der stimulierenden Eigenschaften der interessierten Sinnesorgane, nämlich der organoleptischen Eigenschaften. Die qualitative Spezifizierung setzt einerseits die Trennung und die Kennzeichnung, anderseits eine entsprechende Bezeichnung der verschiedenen Qualitäten voraus, die von einem normalen Degustationsprüfer unterschieden werden können und auch unterschieden werden.

Eine erste trennende Einteilung und die entsprechenden Bezeichnungen erfolgen in Bezug auf die interessierten Organe : Geschmacksinn (eigentlicher Geschmack), Geruchsinn (Aroma),Tastsinn. Die Komponenten des Geschmacks bieten keine Schwierigkeiten. Qualitative Kontrollprodukte für den « Bitter » und den « Sauergeschmack » sind leicht zu finden. Schwieriger ist die Trennung und die Bezeichnung der Komponenten des Aromas. Zwischen der idealen Bezeichnung durch die reellen (chromatographisch identifizierten) Stimuli und der empirischen Bezeichnung entsprechend dem gemeinsamen konkreten Ursprung (z.B. grasig, erdig) wäre eine Analyse und rationelle Bezeichnungen mit Hilfe einer Reihe von reinen Kontrollchemikalien möglich. Von einer solchen wiederholbaren und normalisierten Spezifizierung ausgehend könnte der Versuch nach einer Korrelation zwischen diesen Eigenschaften der gebrauchsfertigen Ware und den Merkmalen des Röstkaffees und des Rohkaffees wieder aufgenommen werden.

LE MAGNEN (J.). — **La designación de las cualidades organolépticas del café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 115-120, réf.

Recuérdase que es preciso diferenciar un análisis descriptivo de un análisis apreciativo de las cualidades organolépticas. El primero es una « especificación » cualitativa y cuantitativa del complejo de propiedades estimuladoras de los organos sensorios afectados, es decir de las cualidades organolépticas. La especificación cualitativa implica por una parte la separación y la identificación y por otra una designación apropiada de las varias cualidades discriminables y discriminadas por un sujeto normal.

Una primera clasificación separativa y las designaciones correspondientes se efectuan en relación con los organos afectados : gustativo (gusto propiamente dicho) olfativo (aroma), táctil. No hay problemas con los elementos del « gusto ». Se pueden seleccionar fácilmente « testigos » cualitativos de la amargura y de la acidez. Por el contrario la separación y la designación de los elementos del aroma plantean un problema difícil. Situándose entre la designación ideal de los estímulos reales (identificados con la cromatografía) y la designación empírica basada sobre la analogía con fuentes comunes (ejemplo : herboso, terroso), sería posible efectuar un análisis y designaciones racionales con la utilización de una serie de « testigos » químicos puros. A partir de tal especificación reproductible y normalizada se podrían reanudar las investigaciones con el fin de hallar una correlación entre estas cualidades del producto presentado a los consumidores y las características del producto tostado y del café verde.

LE MAGNEN (J.). — **Designação das qualidades organolépticas do café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 115-120, réf.

Lembra-se a necessidade de distinguir uma análise descritiva das qualidades organolépticas de uma outra apreciativa. A primeira análise é uma « especificação », qualitativa e quantitativa, do complexo das propriedades estimulantes dos órgãos sensoriais que nela intervêm, propriedades que constituem as qualidades organolépticas. A especificação qualitativa implica quer a separação e identificação, quer a designação apropriada das diversas qualidades discrimináveis e discriminadas, por um provador normal.

Faz-se, em relação aos órgãos que nela intervêm, uma primeira classificação separando-os e designando-os : gostativo (gosto pròpriamente dito), olfactivo (aroma), tactil. Os elementos do « gosto » não causam problema : os « testemunhos » qualitativos do amargo e do ácido são fáceis de escolher. O problema difícil reside na separação e na designação dos elementos do aroma. Entre a designação ideal para os estímulos (identificados por cromatografia) e a designação empírica, obtida por analogia com coisas comuns (ex. : herbáceo, terroso), seria possível efectuar uma análise dando-lhe designações racionais pelo uso de uma série de « testemunhos » puros.

A partir de uma tal especificação, reproductível e normalizada, poder-se-ia retomar a pesquisa sobre uma correlação entre a qualidade do produto de consumo e as características do café torrado e do café cru.

MÉTHODES D'ÉTUDE DE LA CAFÉINOGENÈSE



J. POISSON
Faculté de Pharmacie, Paris *

Il n'est point besoin d'insister ici sur l'importance que revêtent les études sur la formation de la caféine dans les caféiers. Non seulement les biochimistes, mais tous ceux qui ont pour tâche d'exploiter le café sont intéressés par les modifications à apporter à sa composition et particulièrement à sa teneur en caféine. Dans ce cas, la seule voie rationnelle consiste à connaître le mécanisme de la formation de cette base, pour envisager ultérieurement les moyens de l'orienter.

La caféinogenèse s'intègre dans l'ensemble des études biogénétiques sur les composés d'origine naturelle, maintenant en rapide expansion, tant chez les végétaux que chez les animaux ou les microorganismes (1). Dans le domaine des alcaloïdes par exemple, les résultats actuellement en notre possession ont été obtenus depuis moins de dix ans (2).

En matière de biogenèse, il convient tout de suite de faire une distinction importante entre deux choses : les hypothèses et les expériences. En raison de la complexité du métabolisme végétal, il est impossible, du moins dans l'état actuel de nos connaissances, d'en débrouiller directement l'écheveau et d'en sortir ce qui a trait à un constituant donné. On est alors obligé d'échafauder divers schémas sur le mécanisme d'élaboration du produit au sein des tissus, et de tenter ensuite une vérification expérimentale.

* Laboratoire de Pharmacie Galénique (Professeur M.-M. JANOT).

Les hypothèses biogénétiques sont édifiées d'une part à partir des données actuelles de la biochimie (grandes voies de la synthèse et du catabolisme, réactions enzymatiques, interconversions des métabolites fondamentaux tels qu'amino-acides, oses, acides cétoniques, etc...), d'autre part en faisant appel à des rapprochements d'ordre structural. Enfin, on peut faire une mise en parallèle de processus observés chez divers êtres vivants et ceci se révèle être très fécond, car il devient de plus en plus évident que les réactions biochimiques ne diffèrent pas fondamentalement d'une extrémité à l'autre de l'échelle vivante. A cet égard, les études effectuées sur les microorganismes, études relativement aisées, peuvent servir de bases à des expériences beaucoup plus compliquées à entreprendre sur des plantes ou des animaux supérieurs.

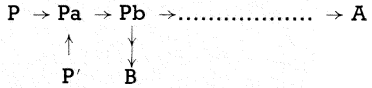
On élabore ainsi un schéma biogénétique où un composé donné A (par exemple un alcaloïde) dérive d'un précurseur P par une suite de réactions *a*, *b*, *c*,... donnant des intermédiaires Pa, Pb, Pc, ...

$$P \xrightarrow{a} Pa \xrightarrow{b} Pb \xrightarrow{c} Pc \cdots\cdots \rightarrow A$$

On est en droit de penser actuellement que la majorité des réactions *a*, *b*, *c*,... sont contrôlées par des enzymes, mais il n'est pas exclu que certaines transformations s'effectuent spontanément dans le milieu cellulaire.

On voit tout de suite, en examinant une telle séquence, qu'il peut y avoir plusieurs précurseurs pour une même

substance, si l'un des intermédiaires dérive accessoirement d'une autre espèce P'. On voit également que les intermédiaires sont susceptibles d'être déviés dans une autre direction et de donner autre chose que A :



Cette remarque est générale pour tout ce qui touche aux processus biochimiques, mais on doit avoir bien présente à l'esprit lors des études biogénétiques.

* * *

Si séduisantes que puissent paraître les hypothèses établies, elles exigent leur **vérification expérimentale** dont nous esquisserons maintenant le principe.

Quatre méthodes fondamentales sont à citer actuellement.

LA MÉTHODE DES BILANS
(Precursor Feeding Technique) (3)

Elle consiste à administrer à une plante, organe ou tissu, un précurseur ou un intermédiaire supposé d'un constituant connu pendant un temps déterminé, et à examiner si la teneur en ce constituant a augmenté. Le mieux est de constituer un témoin qui ne reçoit rien : on dose le produit final dans le témoin et dans le matériel traité et on fait la différence.

Cette méthode fut la seule utilisée pendant longtemps, mais elle est presque abandonnée actuellement pour diverses raisons :

— Il est malaisé d'obtenir un témoin valable, car on n'est jamais sûr que deux sujets végétaux, même très voisins, se comportent de la même façon. Il faut alors faire de nombreux essais avec interprétation statistique des résultats ou utiliser des parties de plantes dont le développement est plus homogène.

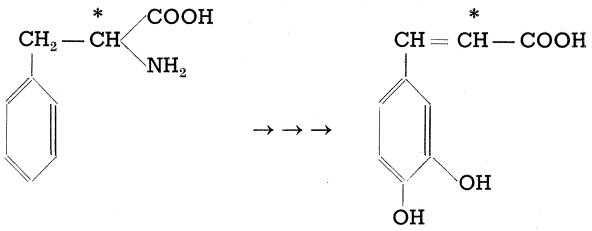
— Certains précurseurs, surtout des amino-acides, peuvent jouer le rôle de facteurs de croissance, d'autres celui de stimulants du catabolisme (glucides par exemple). Si on rapporte le résultat à un poids déterminé de matériel sec ou frais, on risque d'avoir des erreurs considérables par suite de variations de poids indépendantes du processus biogénétique proprement dit. On peut pallier en partie cet inconvénient en pratiquant les dosages sur la totalité des échantillons en expérience.

— En toute rigueur, une augmentation de la production d'une substance donnée par administration d'un précurseur n'est légitime que si la dose de ce précurseur est un facteur limitant. Si d'autres facteurs limitants existent (ex. activité d'une enzyme, âge de la plante), ils peuvent masquer la relation existant entre le précurseur et son dérivé (*).

LA MÉTHODE DES TRACEURS RADIOACTIFS

Ici on administre au végétal un précurseur ou un intermédiaire supposé dont au moins un des atomes a été remplacé par un isotope radioactif. Il va être possible de suivre la destinée de ce précurseur grâce à la radioactivité qu'il véhicule, qui va servir de traceur dans la séquence biogénétique étudiée. Si le produit final est radioactif, on aura la preuve que le précurseur y a été incorporé. De plus, après isolement et dégradation chimique appropriée, il sera possible d'y localiser le centre radioactif.

On obtient ainsi une filiation directe entre le précurseur et le composé étudié, comme par exemple celle établie entre la phénylalanine et l'acide caféique dans les feuilles de tabac (5).



Phénylalanine ^{14}C-2 — Acide caféique ^{14}C-2

Le marquage se fait généralement par ^{14}C, ^{35}S, ^{3}H qu'on incorpore par synthèse.

Cette méthode est de loin la plus utilisée actuellement et la quasi-totalité des résultats actuels de la biogenèse lui est imputable. L'interprétation est plus aisée et dégagée de certaines causes d'erreurs relevées avec la méthode des bilans.

(*) Voir par exemple le cas de la scopolamine du Datura, synthétisée à partir de l'hyoscyamine uniquement dans les jeunes feuilles (4).

Elle n'est pas cependant exempte de critiques et nécessite quelques précautions pour être interprétée correctement :

a) le rendement final de la radioactivité doit être suffisamment élevé. En effet, on administre une certaine quantité de précurseur P ayant une activité spécifique a_1(*) et on isole le composé terminal A d'activité a_2. Le rapport a_2/a_1 est généralement faible, car le précurseur P est dévié et n'est pas intégralement utilisé pour synthétiser A. Une partie importante de la radioactivité va se retrouver suivant les cas dans les protéines, les amino-acides, les glucides, la cellulose. Si le rapport est très faible, on peut soupçonner que la radioactivité introduite dans le produit A provient non de P, mais en fait d'un autre précurseur auquel a été cédée une partie des atomes radioactifs de P. Ceci est sensible quand l'atome marqué est placé sur une fonction mobile (NH_2, OH, CH_3) qui peut être détachée par des réactions parasites. Le remède est le marquage du précurseur P sur deux centres ou plus. Si le produit final est marqué en plusieurs endroits, P est bien le précurseur, sinon on a affaire à une biogenèse différente.

b) la méthode suppose l'isolement du produit final pour en déterminer l'activité spécifique. En raison de la dilution déjà signalée de la radioactivité dans d'autres substances, il peut se faire, si la substance est impure, qu'elle soit souillée d'autres produits eux-mêmes radioactifs d'où une activité apparente supérieure, source d'erreur. A la limite, l'activité du produit peut être due aux impuretés qui l'accompagnent. Une purification très soigneuse est indispensable ce qui est assez difficile avec certaines substances (sucres). Le contrôle chromatographique rend ici beaucoup de services, surtout en pratiquant des radiochromatographies.

c) quand on obtient un résultat négatif, on doit s'assurer que le précurseur a bien été assimilé par la plante. Il peut arriver qu'il ne soit pas absorbé (par exemple par les racines) ou qu'il ne soit pas transporté vers le lieu de transformation. En ce cas, en modifiant la technique d'administration, on peut tourner la difficulté. Il faut aussi utiliser un matériel végétal apte à la biosynthèse (partie de la plante et âge convenables).

d) actuellement, les résultats obtenus permettent surtout de connaître le point de départ et le point d'arrivée des séquences biogénétiques. On connaît peu de choses sur les étapes intermédiaires. On peut y parvenir en essayant d'isoler les intermédiaires ou au moins de les caractériser grâce à leur radioactivité, mais il faut avoir présent à l'esprit que nombre de ces intermédiaires ont probablement une vie courte et qu'ils sont impossibles à déceler. On a proposé de les capter par un réactif spécifique (« trapping »), mais ceci n'est guère possible au sein d'une cellule et s'applique surtout à des biogenèses *in vitro* (vide infra). On peut aussi administrer à la plante les intermédiaires supposés au lieu du précurseur. Il faut, là aussi, remarquer que souvent ces intermédiaires interviennent en fait sous forme combinée, et que l'administration du produit libre est inefficace (ceci est le cas de l'acide inosinique dans la synthèse des purines, en réalité utilisé sous forme de dérivé phosphorylé).

e) le fait d'observer une filiation nette entre un précurseur et un constituant végétal ne signifie pas obligatoirement que le précurseur est « naturel » et celui qu'utilise vraiment la plante. Le résultat obtenu signifie avant tout que la plante est capable de métaboliser le précurseur qui lui a été fourni, mais en réalité elle peut en transformer un autre. Cette objection est peut-être la plus sérieuse qui puisse être formulée, car elle concerne le principe même de la méthode.

(*) Ou nombre de désintégrations par unité de temps et par molécule. Exprimée généralement ici en microcuries par millimole, une curie correspondant à $3{,}7 \times 10^{10}$ désintégrations par seconde.

Matériel utilisé dans les expériences (bilans et traceurs)

Selon les cas on va utiliser des végétaux plus ou moins complets :

a) Plantes entières

On peut opérer sur des pieds cultivés en serre ou en pleine terre. Cette méthode a l'avantage de laisser la plante dans son milieu naturel. C'est elle qui est la plus « physiologique ».

Toutefois, si on doit administrer des précurseurs à la plante par les racines, on peut être gêné par les microorganismes du sol. On est en droit de soupçonner que le produit administré va être transformé, voire détruit, avant son absorption par la plante : l'interprétation des résultats en sera faussée surtout si ils sont négatifs. Dans ce cas, on effectuera des cultures, soit en milieu solide stérile (à base de sable, de silicates divers ou de résines) imprégné d'une solution nutritive, soit en milieu hydroponique, la plante plongeant dans un bac rempli d'un liquide convenable.

b) Parties de plantes

De nombreuses variantes s'offrent ici quant aux choix de l'organe qui dépend essentiellement du lieu de la biogenèse : feuilles, tiges, graines en germination.

On ne peut ici assurer la survie de ces organes qu'en les plaçant en contact avec un milieu nutritif liquide, stérile de préférence. De nombreuses études ont été faites sur des fragments de racines par exemple. On a même employé des moitiés de feuilles, une moitié étant utilisée dans l'expérience, l'autre servant de témoin. On élimine évidemment ainsi de nombreuses causes de variations dues à la taille de la feuille, à son âge, à sa position, à son insolation, etc....

c) **Cultures de tissus**

Cette méthode est relativement commode et permet des études en série davantage reproductibles. Malheureusement elle est la moins « physiologique », car on ne peut être assuré que le métabolisme d'un tissu en culture est exactement similaire à celui de la plante entière. On est alors obligé d'être très prudent dans l'interprétation des résultats obtenus.

Procédés d'administration des précurseurs

Les précurseurs sont administrés aux plantes en solution. Plusieurs procédés déjà utilisés dans la méthode des bilans ont été appliqués aux précurseurs radioactifs (3, 7) :

a) en milieu hydroponique (plantes entières ou coupées), il suffit d'ajouter la solution à incorporer,

b) emploi d'une mèche de coton : une extrémité est introduite dans une tige ou un pétiole, l'autre extrémité trempe dans un petit tube contenant quelques gouttes de solution radioactive,

c) injection dans une cavité (moelle) à l'aide d'une aiguille hypodermique et une microseringue,

d) injection dans un entre-nœud par un trou inférieur jusqu'à remplissage (6),

e) méthode de la piqûre : dépôt d'une goutte à la surface d'une feuille, par exemple, et piqûre au centre de la goutte pour la faire pénétrer par aspiration (8),

f) pulvérisation : peu efficace vu la faible perméabilité des organes aériens.

LA MÉTHODE « GÉNÉTIQUE »

Son principe est totalement différent : on cherche par diverses méthodes de sélection à obtenir des variétés d'une plante chez qui la biogenèse d'une substance donnée est modifiée d'une façon définitive. On sait que les processus biogénétiques sont contrôlés en majorité pour des enzymes, elles-mêmes conditionnées par des gènes. Une mutation entraînera, le plus généralement, la suppression d'un gène commandant une enzyme et la chaîne biogénétique se trouvera coupée à l'endroit où agit cette enzyme. Le composé final normal A ne se formera pas et sera remplacé par un intermédiaire (Pb) :

$$P \rightarrow Pa \rightarrow Pb \overset{\text{enzyme C}}{\not\rightarrow} Pc \rightarrow \ldots\ldots\ldots\ldots \rightarrow A$$

$$\uparrow$$

gène

On peut espérer, par une série de mutations favorables, obtenir divers individus chez qui la chaîne biosynthétique serait bloquée en des endroits différents et l'analyse de leurs constituants devrait mettre en évidence par recoupement les divers intermédiaires.

Malheureusement ces mutations sont difficiles à obtenir avec des espèces supérieures et la méthode n'est guère applicable qu'aux microorganismes (E.Coli).

MÉTHODES PAR INCUBATION « IN VITRO »

Les difficultés d'étude directe des intermédiaires de réactions de biosynthèse dans les tissus vivants, qui sont littéralement « noyées » dans la masse des autres réactions biochimiques ont amené à tenter des expériences *in vitro*.

En principe, on cherche à analyser les biosynthèses en mettant en contact un certain temps les précurseurs ou intermédiaires supposés, marqués ou non, avec des broyats de tissus ou encore mieux avec des extraits tissulaires plus ou moins purifiés et à déterminer s'il y a incorporation.

Cette méthode est assez largement utilisée dans les études chez les animaux, mais encore peu appliquée aux végétaux. Elle permet d'isoler les fractions cellulaires qui catalysent les réactions biogénétiques et en particulier les enzymes. En possession de celles-ci, il est plus aisé d'analyser étape par étape les séquences des biosynthèses et de caractériser les intermédiaires.

Toutefois, comme dans le cas des cultures de tissus, on est très éloigné des conditions physiologiques et il faut être prudent dans l'interprétation.

* * *

Les considérations précédentes permettent d'aborder maintenant le cas particulier de **la caféinogenèse.**

La caféine étant une base purique, on peut penser que sa formation dans la plante se déroule selon un processus analogue à celui qu'on observe chez les animaux ou les microorganismes. Etant donné le rôle important des bases puriques dans la genèse des acides nucléiques, de nombreux travaux leur ont été consacrés (voir réf. 1 pour une revue). On avait d'abord pensé, en raison d'analogies structurales, que le noyau purine dérivait d'amino-acides incorporés *in toto* (histidine ou arginine), de l'urée ou encore des pyrimidines. Divers essais d'incorporation de ces précurseurs se sont soldés par un échec. C'est BUCHANAN qui a démontré en 1946-1948 que l'acide urique chez le pigeon était élaboré à partir de petits fragments en provenance de divers métabolites usuels. Le mécanisme de la biogenèse a été élucidé en 1948-1958 par divers auteurs, dont GREENBERG, qui ont isolé, notamment du foie de pigeon, diverses enzymes catalysant chaque stade de la réaction. Ils ont pu montrer que la construction du double cycle purique de l'acide inosinique se faisait progressivement par incorporation de fragments provenant successivement :

— du groupe amide de la glutamine pour N(9),
— du glycocolle, avec l'aide de l'ATP pour N(7), C(5), C(4),
— du formiate transporté par l'acide tétrahydrofolique pour C(8),
— d'un second groupe amide de la glutamine pour N(3),
— du CO_2 pour C(6),
— de l'acide aspartique pour N(1),
— d'un second groupe formique pour C(2).

Tout au long de ce processus les intermédiaires sont phosphorylés, l'azote (9) portant dès l'origine un groupe phosphoribosyle (schéma I).

Des étapes ultérieures conduisent par oxydation ou amination aux diverses bases puriques biologiques (acide urique, acide adénylique, acide guanylique).

On a donc cherché :

— à vérifier si la séquence précédente intervenait aussi chez les végétaux (*),
— à étudier la méthylation du noyau purine à l'aide de « donneurs de méthyle » (exemple : méthionine).

Le principal travail expérimental est dû à ANDERSON et GIBBS (9). Ils ont montré que les atomes de carbone de la caféine produite par *Coffea arabica* (feuilles) provenaient de précurseurs analogues à ceux mis en évidence chez les animaux (schéma II) :

(*) Il faut remarquer que la caféine n'est pas la seule purine libre présente dans les feuilles et les fruits de café. La guanosine (vérine) ou ribosyl-9 guanine y avait été signalée et considérée comme un précurseur de la caféine, il y a 40 ans (23).

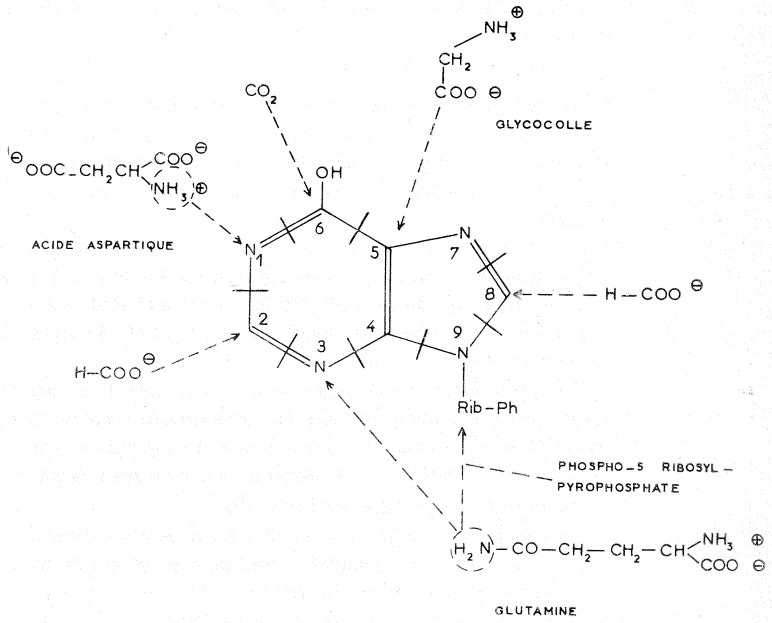
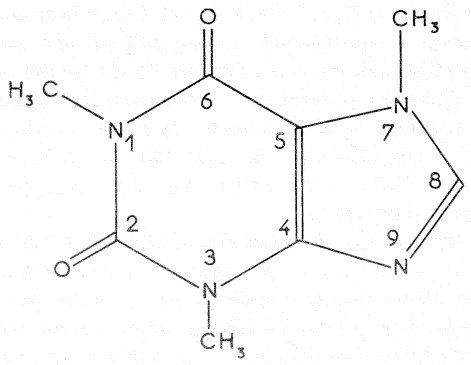


SCHÉMA I. — *Biosynthèse de l'acide inosinique*



PRÉCURSEURS :

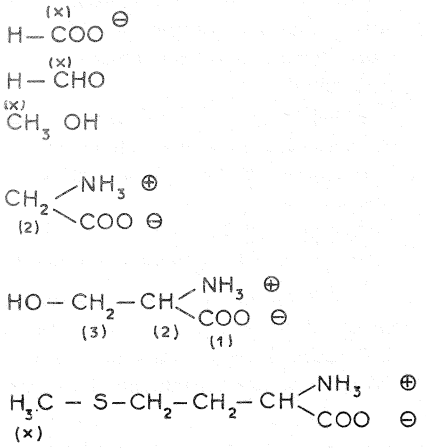


SCHÉMA II. — *Biosynthèse de la caféine*

en 2,6 et 8 : HCHO-HCOOH-CH_3OH-glycocolle-sérine (C_3),

en 4 et 5 : glycocolle.

CO_2 est incorporé partout à la lumière, mais seulement en 6 à l'obscurité ce qui prouve son incorporation directe en cette position alors qu'ailleurs il est incorporé via d'autres précurseurs dérivant eux-mêmes de la photosynthèse.

En ce qui concerne les groupes N-CH_3, le méthyle provient des mêmes précurseurs que les carbones 2,6 et 8 et, en plus, de la méthionine ce qui est tout à fait conforme à ce que l'on avait observé pour d'autres substances O- ou N- méthylées.

Ces résultats ont été obtenus en fournissant à des fragments de feuilles de café des précurseurs marqués par ^{14}C en diverses positions. Après un certain temps de contact, la caféine a été extraite puis dégradée par minéralisation sulfurique (schéma III).

On a donc pu localiser la radioactivité sur les divers atomes et établir les relations avec chaque précurseur administré. Ainsi, avec le formol ^{14}C, on retrouve la radioactivité dans les deux échantillons de CO_2, la sarcosine et la méthylamine. Il y a donc incorporation en 2, 6, 8, 1, 3 et sans doute 7. En comparant le rendement de la radioactivité incorporée dans les deux échantillons de CO_2, on voit que le CO_2 « indirect » est beaucoup moins marqué, ce qui indique une incorporation plus faible en 8 et peut-être l'intervention compétitive d'un autre précurseur encore inconnu. Cependant, il est évident que la méthode de dégradation ne permet pas de discerner C(6) de C(2), N(1) de N(3), et C(4) C(5) (N)-CH_3(7). Les résultats ne sont donc pas absolument univoques.

Un autre travail de PROJSER et SERENKOV (10) a été réalisé en fournissant à des jeunes feuilles de thé trempant dans un milieu liquide divers précurseurs et en les recherchant dans la caféine isolée. Leurs résultats recoupent les précédents et les auteurs ont constaté que la synthèse du noyau purine était beaucoup plus lente que sa méthylation, de telle sorte que l'on retrouve à côté de caféine synthétisée *de novo*, marquée au noyau et sur ses groupes N-CH^3, de la caféine uniquement marquée sur ses méthyles donc antérieurement synthéthisée.

INONE (11) a étudié l'origine des groupes méthyle de la caféine chez le théier en utilisant comme précurseur la méthionine ^{14}C qui est incorporée significativement.

Diverses études sont à signaler également, mais elles sont beaucoup moins concluantes :

— ZAPROMETOV (12) a montré que la caféine se forme très lentement, même à la lumière, à l'inverse des catéchines (incorporation de précurseurs marqués par ^{14}C dans divers constituants de jeunes pousses de thé).

— WANNER (13) a confirmé ce fait chez *Coffea arabica* et noté que la biosynthèse de la caféine se situe surtout dans les jeunes feuilles. Dans les feuilles âgées,

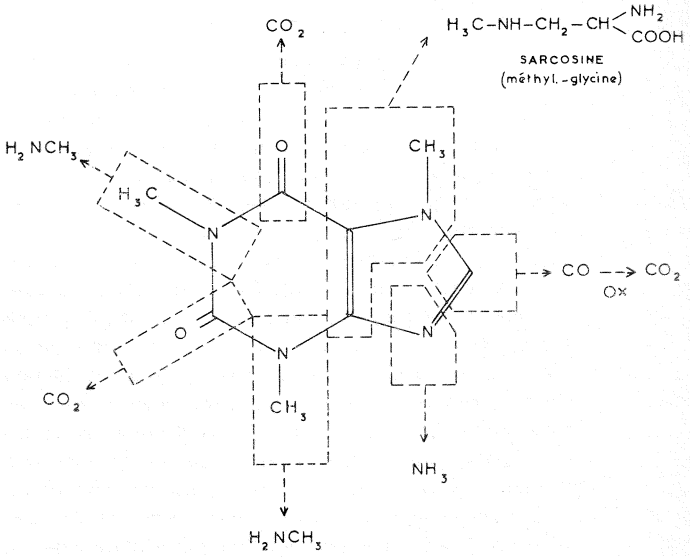


SCHÉMA III. — *Dégradation de la caféine radioactive*

elle disparaît. Une observation identique est due à KENDE (14).

— Le mécanisme de cette disparition a été étudié par KALBERER (15) en fournissant à des feuilles isolées ou à des pieds cultivés de *Coffea arabica* de la caféine marquée par ^{14}C en diverses positions. Il a constaté que la caféine était dégradée en CO_2, allantoïne, acide allantoïque, urée, mais non en acide urique.

— Pour SPEDDING (16), le lieu de la synthèse chez le théier n'est pas dans les feuilles qui se contentent d'accumuler (transitoirement) la caféine. Cependant l'auteur reste muet sur l'endroit réel.

— Les travaux relatés jusqu'à présent laissent dans l'ombre l'origine des atomes d'azote. Des études par la méthode des bilans dues à SERENKOV (17, 18) ont montré que diverses amines, en particulier la méthylamine, augmentaient la teneur en caféine des feuilles de thé. Il en est de même pour l'urée et certains sels ammoniacaux. La filiation directe a été établie par des expériences à l'aide de traceurs pour l'urée, la méthylamine. L'azote du glycocolle est par contre très faiblement utilisé (18) (*).

L'azote n'est incorporé que lentement dans la caféine à l'instar des atomes de carbone, et c'est également dans les feuilles jeunes que l'incorporation est la plus active (19, 20).

(*) Dans ces expériences, le marquage des traceurs se fait par ^{15}N non radioactif et on détermine par spectrométrie de masse la proportion de ^{15}N dans la caféine isolée de la plante. Un exemple antérieur d'utilisation de ^{15}N est donné par l'éphédrine (24).

— Enfin, il ne semble pas y avoir de relations biogénétiques entre la caféine et la trigonelline, la caféine ne servant pas de donneur de méthyle pour cette bétaïne (KENDE, 14).

En récapitulation de toutes ces expériences biogénétiques, la caféine des plantes paraît être formée de la même façon que les purines chez d'autres êtres vivants. Cependant, les essais sur le café ont porté sur les feuilles et rien n'a été fait sur les graines, de telle sorte qu'on ignore l'origine réelle de la base dans celles-ci : synthèse *in situ* ou translocation. D'autre part, les étapes de cette biosynthèse et les mécanismes responsables, sans doute enzymatiques, restent dans l'ombre.

* * *

Pour conclure, qu'apporte actuellement la caféinogenèse aux problèmes de la chimie des cafés ? Il ne semble pas très facile de supprimer la caféine dans les graines du caféier. On doit en effet couper la séquence biosynthétique à un endroit déterminé, de préférence vers la fin, pour éviter que des réactions secondaires ne suppléent la réaction principale interrompue. Le mieux est d'obtenir une mutation supprimant un gène commandant une des dernières étapes de la synthèse. Cette méthode a déjà été utilisée, mais surtout pour modifier un caractère morphologique. Plus particulièrement il devrait être possible de bloquer seulement la méthylation du noyau purine qui semble intervenir indépendamment de l'édification de celui-ci.

Une autre voie est la recherche de variétés ou d'espèces naturellement dépourvues de caféine. Il faut rappeler ici les travaux de G. BERTRAND sur des espèces malgaches (voir la communication de M. d'ORNANO) (22) et ceux de PRITZKER (21).

On peut envisager aussi l'accélération du catabolisme de la caféine dans les graines. Mais on connaît encore mal ce catabolisme dans les feuilles et pas du tout dans les graines, à supposer qu'il puisse s'y produire.

Enfin, l'administration aux caféiers d'anti-enzymes est susceptible de perturber la biosynthèse de la caféine. La mise au point de tels produits demande d'abord une sérieuse connaissance du détail de la caféinogenèse.

De toutes les façons, quel que soit le moyen mis en avant pour modifier la caféinogenèse, il importe de ne pas modifier simultanément d'autres constituants de la plante qui pourraient altérer notamment ses qualités organoleptiques. Il ne semble pas non plus que ce résultat sera aisément atteint si on considère les étroites relations métaboliques de la caféinogenèse. Toutefois, la science moderne met à notre disposition des moyens suffisamment perfectionnés pour espérer un jour un résultat décisif dans ce domaine.

BIBLIOGRAPHIE

1. P. BERNFELD, Biogenesis of Natural Compounds. 1963, Pergamon Press Ed.
2. K. MOTHES, *Angew. Chem.* (Ed. Int.), 1963, **2,** 341, 441.
3. V. E. TYLER Jr., *Lloydia*, 1960, **23,** 51.
4. A. ROMEIKE, *Flora*, 1956, **143,** 67.
5. T. A. GEISSMAN, T. SWAIN, *Chem. and Ind.*, 1957, 984.
6. G. KLEIN, H. LINSER, *Hoppe-Seyler's Zeitschr. Physiol. Chem.*, 1932, **209,** 75.
7. W. A. ROACH, *Ann. Botany*, 1939, **3,** 155.
8. E. RAMSTAD, S. AGURELL, *Ann. Rev. Plant Physiol.*, 1964, **15,** 143.
9. L. ANDERSON, M. GIBBS, *J. Biol. Chem.*, 1962, **237,** 1941.
10. E. PROJSER, G. P. SERENKOV, *Biokhimija*, 1963, **28,** 857.
11. T. INONE, F. ADACHI, *Chem. Pharm. Bull.*, 1962, **10,** 1212 (*Chem. Abstr.*, 1963, **59,** 6731 g).
12. M. N. ZAPROMETOV, *Biokhimija*, 1962, **27,** 679.
13. H. WANNER, K. BLAIM, *Planta*, 1961, **56,** 499.
14. H. KENDE, *Ber. Schweiz. Botan. Ges.*, 1960, **70,** 232.
15. D. KALBERER, *Nature.*, 1965, **205,** 597.
16. D. J. SPEDDING, A. I. WILSON, *Nature*, 1964, **204,** 73.
17. G. P. SERENKOV, E. PROJSER, *Doklady Akad. Nauk S. S. S. R.*, 1961, **137,** 445.
18. G. P. SERENKOV, *Biokhim. Chain. Proizv. Akad. Nauk S. S. S. R. Inst. Biokhim.*, 1962, 27 (9) (*Chem. Abstr.*, 1963, **59,** 3088 c).
19. T. INONE, S. YAMASHITA, Y. KAWAMURA, G. SASAKI, *Yakugaku Zasshi*, 1960, **80,** 548 (*Chem. Abstr.*, 1961, **55,** 1818 g).
20. T. INONE, Y. KAWAMURA, *Chem. Pharm. Bull.*, 1961, **9,** 236 (*Chem. Abstr.*, 1961, **55,** 23690 f).
21. J. PRITZKER, R. JUNG KUNZ, *Z. Untersuch. Lebensmit.*, 1938, **75,** 34.
22. M. d'ORNANO, F. CHASSEVENT, S. POUGNEAUD, 2e colloque intern. chimie des cafés, Paris, 1965. I. F. C. C. (1966), p. 131.
23. A. CAMARGO, *J. Biol. Chem.*, 1924, **58,** 831.
24. S. SHIBATA, I. IMAZEKI, *Pharm. Bull.*, 1956 , **4,** 277

DISCUSSION

M. LE MAGNEN : Je voudrais attirer l'attention sur la justesse de la restriction importante que M. POISSON a apportée lui-même dans la discussion de la méthode de l'administration des précurseurs. Si on contrôle, soit par une méthode, soit par une autre, et en particulier par la méthode des éléments marqués, qu'un précurseur présumé intervient effectivement dans l'anabolisme de tel ou tel corps, tel que la caféine, et qu'on ne puisse être certain que cette filiation est la filiation naturelle, ceci est une objection très grave. Tous les biologistes savent qu'il existe une telle souplesse du métabolisme intermédiaire, aussi bien chez l'animal que chez le végétal, qu'à partir des plus diverses sources d'azote, des plus diverses sources de corps méthylés, etc., peut se fabriquer un produit final déterminé et qu'on n'est jamais sûr, à partir de l'administration d'un présumé précurseur, que ce précurseur est réellement un précurseur biologique. Il y a là une réserve extrêmement importante qui réduit dans une certaine mesure l'intérêt des résultats obtenus grâce à cette méthode.

— M. POISSON : Je suis entièrement d'accord avec vous. J'ai assisté tout récemment à Vienne à un symposium sur la biosynthèse des composés aromatiques : toutes les personnes présentes, et parmi elles des spécialistes de la biosynthèse, non seulement des alcaloïdes, mais des phénols et autres produits de ce genre, étaient unanimes pour dire qu'il y avait là un très grave inconvénient de cette méthode. Il y a eu un engoûment, depuis une dizaine d'années, pour la méthode des traceurs, mais maintenant qu'on en a une certaine expérience, on se rend compte qu'elle est limitée, en particulier par cet inconvénient.

M. LE MAGNEN : En biologie animale cette méthode est une sorte d'hérésie. C'est uniquement par les méthodes d'inhibiteurs d'enzymes, des blocages, des extractions d'enzymes qu'on peut parvenir à établir le métabolisme intermédiaire physiologique d'une biogenèse et non pas du tout par l'administration d'un précurseur. Je ne sais pas ce que cela donne en biologie végétale, je ne suis pas compétent, mais en biologie animale, c'est une hérésie grossière.

— M. POISSON : En biologie végétale, on est beaucoup moins avancé qu'en biologie animale ou que dans les études utilisant les microorganismes.

M. NOACHOVITCH : A-t-on étudié la caféinogenèse spécialement dans la graine ? Je sais bien que les genèses se font particulièrement dans les feuilles, mais étant donné que c'est la graine qui nous intéresse, les germinations ménagées pourraient peut-être nous apporter des lumières. L'étude approfondie de la germination est relativement récente et il y a peut-être là une source d'information.

— M. POISSON : A ma connaissance, on n'a pas fait d'études sur les graines. Les études fondamentales sont celles d'ANDERSON et GIBBS qui ont été publiées en 1962 et qui ont été faites sur les feuilles. Je n'ai pas trouvé de référence concernant des études biogénétiques sur les graines. Ceci est évidemment uni nconvénient sérieux, car ce qui nous intéresse ici c'est de savoir comment la caféine est élaborée dans les graines. L'est-elle ailleurs ? C'est un point qu'il faudrait élucider.

Je ne pense pas qu'ANDERSON et GIBBS aient poursuivi leurs travaux. Il s'agissait de la thèse de M^lle^ ANDERSON (thèse de doctorat en philosophie) et il ne semble pas, une fois sa thèse achevée, qu'elle ait poursuivi ses travaux. Il y a des études en cours en U. R. S. S., menées par l'équipe de SERENKOV, qui, elle, travaille sur les feuilles de thé ; c'est un problème un peu différent.

M. LEVENSON : Environmental conditions and age of tree may affect the caffeine content. Will you comment on possible reasons for this ?

— M. POISSON : Les études ont été faites sur des feuilles jeunes essentiellement. Il ne semble pas qu'il y ait eu des études faites aux différentes époques de la vie végétative. Ceci serait d'ailleurs intéressant. Ce sont des feuilles jeunes qui ont été mises en expérience, car on a montré que les feuilles âgées avaient plutôt tendance à dégrader la caféine.

M. WILBAUX : Il semble que la teneur en caféine des graines ait fondamentalement un caractère génétique. Des graines à haute teneur en caféine, produites à 1.000 m d'altitude, ont été semées à des altitudes différentes, jusqu'à 100 m, et ont toujours donné des teneurs non identiques, mais qui, eu égard aux méthodes, avaient des variations et des écarts ne permettant pas de dire que les conditions écologiques avaient influencé cette teneur.

Les conditions écologiques ont quand même une certaine influence : je vais vous citer l'exemple d'un café Congensis dont des graines ont été prélevées dans une forêt à 400 m d'altitude. Près du lieu de prélèvement on a établi des champs dits forestiers (sous ombrage très dense) et à un km ou deux de là on a établi des champs avec ombrage léger. A l'âge de cinq ans, les variations dues à l'âge de l'arbre n'existaient donc pas dans le cas cité, on a trouvé dans les champs ombragés une teneur en caféine moyenne de 1,01 %, allant de 0,97 à 1,09 (avec la méthode de LENDRICH), et dans les champs fortement éclairés, la teneur était de 1,36. Quelle que soit l'erreur d'échantillonnage, vu l'origine identique des plantes, eu égard à ce que les arbres avaient le même âge et qu'au point de vue sol la proximité permettait d'espérer une homogénéité, il semble que le facteur lumière a bien été générateur de caféine.

— M. POISSON : On sait très bien que l'aspect quantitatif et qualitatif de la composition d'une plante est sous l'influence de facteurs génétiques. J'ai pu constater lors d'études que j'ai faites sur des plantes à alcaloïdes, que la même espèce

contient un certain nombre de variétés dans lesquelles tel constituant se trouve en des proportions différentes, quelles que soient les conditions de propagation. Une notion qui prend de plus en plus corps est celle de race chimique due incontestablement à une petite modification génétique de la plante ; ces races chimiques peuvent se traduire par des modifications de la teneur d'un principe actif donné et même se traduire par des modifications complètes de la répartition de différentes substances à l'intérieur de la plante. Ainsi, quand on examine les plantes en question du point de vue strictement botanique, on s'aperçoit qu'elles sont absolument identiques, mais quand on fait l'analyse chimique, on trouve des résultats qui sont parfois très différents et qui ne peuvent être imputés à des facteurs écologiques.

M. FLAMENT : Vous avez exposé parmi les divers moyens d'étude de la biogenèse de la caféine l'emploi de la méthode génétique et le blocage du processus d'anabolisme par l'utilisation d'anti-enzymes. D'autre part, il semble que la formation du cycle purique dans les plantes soit très proche de celle qui a lieu chez les êtres animés. Pensez-vous que l'on puisse envisager le blocage de l'anabolisme par l'emploi non plus d'anti-enzymes, mais d'antimétabolites susceptibles d'intervenir dans la phase finale du processus ? Cette méthode a été utilisée avec succès puisque l'on peut mentionner l'activité de la 6-mercaptopurine qui intervient dans l'élaboration d'acides nucléiques « frauduleux » permettant une rémission dans les effets de la leucémie. Pourrait-on, par analogie, utiliser ici des doses massives de certains isostères du cycle purique comme les imidazolinopyrimidines ou triazines ?

— M. POISSON : A ma connaissance, de telles études n'ont pas été faites ici, surtout dans le cas particulier de la caféinogenèse. Votre remarque est très pertinente et il n'y a pas d'objection de principe à ce qu'on puisse opérer de cette façon-là. D'ailleurs, je vous ai dit, tout à fait à la fin, que parmi les méthodes possibles de modification de la caféinogenèse, se trouvait l'administration d'anti-enzymes. On peut aussi administrer des produits compétitifs du type de ceux que vous indiquez.

Ce que je vous ai dit de la biogenèse de la caféine représente à peu près tout ce que l'on sait jusqu'à présent sur cette question. Vous voyez que c'est assez limité et qu'un large champ d'expérience est ouvert.

M. JANOT : Le fait que les graines n'ont pas été étudiées tient-il à la physiologie particulière du café ou à un empêchement mécanique, car dans d'autres cas les feuilles et les graines ont été étudiées.

— M. POISSON : C'est vraisemblablement pour des raisons de commodité que seules les feuilles ont été étudiées. Si on veut travailler sur les graines il faut prendre des plantes entières, ayant fructifié, ce qui suppose de faire une culture, de ne pouvoir faire les expériences qu'à une période bien déterminée, alors que les expériences sur les cultures de tissus ou des fragments de feuilles peuvent être faites toute l'année. Ceci limite évidemment la portée des études.

M. JANOT : Il faudrait utiliser des caféiers les plus petits possible.

— M. POISSON : A ce moment-là a-t-on des cafés analogues à ceux utilisés habituellement ?

Poisson (J.). — **Méthodes d'étude de la caféinogenèse.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 121-130, fig., réf.

La biosynthèse de la caféine est encore mal connue malgré l'intérêt qu'elle présente tant du point de vue scientifique que pratique. L'étude du mécanisme de la formation de la caféine, principalement dans les cafés, doit bénéficier des nombreuses études faites ces dernières années sur la biosynthèse des substances d'origine naturelle et notamment des bases puriques animales dont on connaît maintenant les origines.

Diverses méthodes sont passées en revue. Parmi celles-ci, l'utilisation de précurseurs ou d'intermédiaires marqués par des éléments radioactifs (ex. ^{14}C) et administrés aux plantes dans diverses conditions de développement se révèle fructueuse. Elle demande toutefois quelques précautions quant à l'interprétation des résultats.

Une connaissance détaillée du processus de la caféinogenèse pourrait permettre de modifier celle-ci, mais cet objectif exige aussi de nombreuses autres études, d'ordre biochimique et génétique en particulier.

Poisson (J.). — **Methods for the investigation of the origin of caffeine.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 121-130, fig., réf.

The biosynthesis of caffeine is still not well known in spite of the interest it presents, as much from a scientific point of view as from a practical one. The study of the mechanism of caffeine formation, chiefly in coffee, must benefit by the numerous studies carried out in recent years on the biosynthesis of substances of natural origin and especially of animal puric bases, the origins of which are now known.

Various methods are examined. Among them the use of precursors or of intermediaries labelled by radioactive elements (e. g. ^{14}C) and given to plants under different conditions of development, showed good results. It requires however a few precautions as far as the interpretation of the results is concerned.

A thorough knowledge of the process of caffeine formation might allow us to modify this method, but to attain also this objective requires numerous other studies, especially of a biochemical and genetic kind.

Poisson (J.). — **Methoden zur Untersuchung über das Entstehen des Coffeins.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 121-130, fig., réf.

Die Biosynthese des Coffeins ist noch wenig bekannt, trotz des Interesses, das sie vom wissenschaftlichen wie vom praktischen Standpunkt bietet. Die zahlreichen Arbeiten der letzten Jahre über die Biosynthese der Stoffe natürlicher Herkunft und namentlich der purinischen Tierbasen, deren Herkunft nun bekannt ist, sollten der Untersuchung über die Bildung des Coffeins bei den Kaffees hauptsächlich zugute kommen.

Verschiedene Methoden werden beschrieben. Als fruchtbar erweist sich darunter besonders die Verwendung von Vorläufern oder Zwischengliedern die durch radioaktive Stoffe (z. B. ^{14}C) zum Ausdruck kommen und den Pflanzen unter verschiedenen Entwicklungsbedingungen verabreicht werden. Eine gewisse Vorsicht ist jedoch bei der Auslegung der Resultate geboten.

Eine ausführliche Kenntnis des Entstehungsprozesses des Coffeins könnte zu einer Änderung dieser Entstehung führen, aber dieses Ziel fordert auch zahlreiche weitere Untersuchungen namentlich biochemischer und genetischer Art.

Poisson (J.). — **Métodos de estudio de la cafeinogénesis.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 121-130, fig., réf.

Aun no se conoce bien la biosíntesis de la cafeina a pesar del interés que presenta tanto del punto de vista científico como práctico. El estudio del mecanismo de formación de la cafeina especialmente en los cafés, debe sacar provecho de los numerosos estudios hechos durante estos últimos años sobre la biosíntesis de las substancias de origen natural y particularmente de las bases púricas animales cuyos orígenes se conocen hoy.

Se han pasado en revista varios métodos. Entre ellos se revela fructuoso el uso de precursores o intermediarios marcados con elementos radioactivos (por ejemplo ^{14}C) y administrados a las plantas en varias condiciones de desarrollo. Pero hay que tomar alguna precaución en la interpretación de los resultados obtenidos.

El conocimiento detallado del proceso de la cafeinogénesis permitiría tal vez modificarla ; pero, para alcanzar dicho objetivo, también se precisan otros muchos estudios, especialmente en el campo bioquímico y genético.

Poisson (J.). — **Métodos de estudo da cafeinogénese.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 121-130, fig., réf.

A biosintese da cafeina é ainda mal conhecida, apesar do interesse que tem do ponto de vista científico e prático. O estudo do mecanismo de formação da cafeina, principalmente nos café, deve poder servir-se dos numerosos estudos feitos, nestes últimos anos, sobre a biosintese das substâncias de origem naturale, particularmente, das bases púricas animais de que se conhecem já as origens.

São passados em revista diversos métodos. Entre eles, revelou-se frutuosa, a utilização de precursores ou de intermediários marcados com elementos radioactivos (ex. ^{14}C) e administrados às plantas em diversas condições de desenvolvimento. Contudo, esta técnica exige algumas precauções quanto à interpretação dos resultados.

O conhecimento detalhado do « processo » da cafeinogénese poderia permitir modificá-la mas, este objectivo exige também numerosos outros estudos, particularmente de natureza bioquímica e genética.

COMPOSITION ET CARACTÉRISTIQUES CHIMIQUES DE *COFFEAE* SAUVAGES DE MADAGASCAR

I. — RECHERCHES PRÉLIMINAIRES SUR LEUR TENEUR EN CAFÉINE ET ISOLEMENT DE LA CAFAMARINE

M. D'ORNANO, F. CHASSEVENT, S. POUGNEAUD
Institut Français du Café et du Cacao, Paris



M. d'ORNANO

L'existence à Madagascar de caféiers spontanés est connue depuis la fin du XVIII[e] siècle, grâce à la contribution de prospecteurs botaniques dont les noms sont restés attachés à leurs découvertes : COMMERSON (1770), AUBERT, DUPETIT-THOUARS, PERVILLÉ, GREVÉ, BOIVIN, d'ALLEIZETTE, PERRIER de la BATHIE, HUMBERT, etc... On doit au Professeur Auguste CHEVALIER, du Museum National d'Histoire Naturelle, l'étude de ces caféiers, notamment à l'aide de l'herbier constitué par PERRIER de la BATHIE, leur première description et, plus tard, leur groupement dans une section distincte de sa systématique du genre *Coffea*, celle des *Mascarocoffea*.

Le caractère commun de ces espèces est, d'après la même autorité, de produire des graines à albumen sans caféine ou contenant des traces de cet alcaloïde (cf. Prof. Gabriel BERTRAND). En outre, la plupart de celles-ci contiennent des principes amers qui rendent la boisson inconsommable.

Depuis la publication des derniers travaux du Professeur Auguste CHEVALIER, en 1947 (Les caféiers du globe, T. III), jusqu'en 1960, aucune attention ne semble avoir été portée à ces caféiers et aucune connaissance nouvelle n'est venue enrichir l'héritage laissé par l'éminent spécialiste.

L'intérêt marqué actuellement par l'I. F. C. C. pour les espèces malgaches est étroitement lié à ce caractère d'absence présumée de caféine dans les graines. En effet, on constate aujourd'hui que la consommation des cafés, et tout particulièrement des Robusta, est freinée par les conséquences physiologiques (nervosité, insomnie, état fébrile, etc...) que certains individus, particulièrement sensibles, attribuent à la caféine. Par ailleurs, les prescriptions médicales tendent, dans de nombreux cas, à interdire ou à limiter l'usage du café chez des malades atteints de troubles cardiaques, même bénins.

Cet état de choses éloigne du café une fraction importante de consommateurs qui n'ont pas toujours trouvé dans les « décaféinés » les qualités qu'ils appréciaient dans leur boisson habituelle. C'est pour le moins un facteur certain, et non négligeable, de sous-consommation.

L'étude des caféiers sylvestres malgaches, entreprise par l'I. F. C. C. ces dernières années, en étroite liaison avec le Museum National d'Histoire Naturelle et avec le concours de l'ORSTOM, procède de ces constatations et elle est susceptible d'apporter une solution élégante au problème posé par la désaffection de certains consommateurs. Il n'est, en effet, pas impossible que parmi les types très divers de *Coffea* spontanés malgaches, il s'en trouve qui, producteur d'un grain aromatique, soient cultivables. Mais, sans exclure cette hypothèse, il est plus probable qu'une partie de ce matériel végétal pourra être utilisée pour des hybridations

avec des espèces cultivées, plus ou moins affines, avec l'espoir d'obtenir des descendances peu chargées en caféine, de bonne qualité « à la tasse » et aptes à une culture intensive. Quoi qu'il en soit, ces recherches seront de longue durée et leur aboutissement est, pour une large part, conditionné par l'esprit de collaboration qui animera tous ceux qui, sur divers plans, y seront associés : botanique, systématique, physiologie, agronomie, chimie, technologie, etc...

En 1961, deux spécialistes du Museum National d'Histoire Naturelle, MM. les Professeurs R. PORTÈRES, conseiller technique de l'I. F. C. C., et J. F. LEROY effectuèrent au cours de plusieurs mois une minutieuse prospection des régions malgaches où avaient été signalés, il y a environ un demi-siècle et plus récemment par le Service des Eaux et Forêts, des gîtes de quelques-uns de ces caféiers. Plusieurs des espèces connues furent retrouvées et une douzaine de nouvelles espèces furent signalées ; leur étude est en cours.

Les collaborateurs de l'I. F. C. C. à Madagascar, et plus particulièrement M. VIANNEY-LIAUD, Chef de la station de Kianjavato, s'efforcent depuis de rassembler le matériel végétal identifié en brousse, sur cette dernière station et sur celle d'Ifaka, aux fins de multiplication, d'études du comportement et de la production et, si possible, de l'étude de l'aptitude à l'hybridation.

Les prospections ne sont pas pour autant arrêtées, car, dans la mesure où ses activités en station le lui permettent, M. VIANNEY-LIAUD les poursuit dans les zones circumvoisines de Kianjavato ; le nombre élevé d'échantillons d'herbier collectés par ses soins et adressés à M. le Professeur LEROY en témoignerait s'il en était besoin.

Il appartient aux laboratoires de recherches de l'I. F. C. C., à Nogent-sur-Marne, de procéder à toutes les études sur le grain ; celles-ci sont menées conjointement avec celles d'outre-mer, de façon que l'on puisse être rapidement fixé sur les caractères essentiels du produit, c'est-à-dire ses caractères macroscopiques, taux de caféine, comportement à la torréfaction, qualités organoleptiques de la boisson, etc...

Enfin, on mentionnera que l'ORSTOM (IDERT, en Côte d'Ivoire) a bien voulu se charger d'entreprendre des études relatives à la caféinogenèse, dont la connaissance du mécanisme est susceptible, peut-être par d'autres voies que celle des caféiers malgaches, d'atteindre le but recherché : offrir aux consommateurs, qui redoutent l'action stimulante de la caféine, des cafés aromatiques naturellement peu chargés en alcaloïde.

R. COSTE

INTRODUCTION

En 1901, G. BERTRAND (1) fit pour la première fois l'analyse chimique de *C. humblotiana*, café sauvage des Iles Mascareignes, dans le but d'étayer la distinction faite au point de vue classification entre ce *Coffea* et *C. arabica* ; cette distinction était contestée du fait des caractères anatomiques et morphologiques très proches constatés par ailleurs entre ces deux espèces. La teneur en caféine déterminée sur *C. humblotiana*, teneur égale à zéro, renforça la décision d'une classification à part, d'autant que cette carence n'était pas due au sol ou au climat, présentant ainsi un caractère fondamental, propre à apporter à la Systématique l'appui de la Chimie. Par contre, l'auteur mit en évidence dans ce café sauvage une substance qu'il appela cafamarine, responsable de la très forte amertume de l'infusion préparée à partir de graines torréfiées de *C. humblotiana*.

D'autres études du même auteur présentent l'analyse de *C. mauritiana* (2), dont la teneur en caféine de 0,07 % est qualifiée de « pratiquement nulle », et de trois autres *Coffeae* sylvestres, *C. gallienii*, *C. bonnieri* et *C. mogeneti* (3), dont les teneurs en caféine sont toutes trois égales à zéro.

En 1933, J. ROSSI (4) compare la composition chimique de quatre cafés sauvages : Mogeneti, Diversifolia, Dubardi et Perrieri, à celle de cinq cafés d'espèces courantes cultivées ; si les teneurs en caféine des premiers cités sont encore nulles, par contre leurs teneurs en d'autres substances, comme la cellulose, les cendres ou l'azote total, ne se différencient pas de celles que présentent les cafés cultivés. Enfin, en 1937, A. CHEVALIER (5) dans son étude sur *C. bertrandi*, fournit une analyse de ce café, faite par G. BERTRAND, où la teneur en caféine est nulle.

Tous ces *Coffeae* sauvages méritent donc une place particulière dans la classification botanique à cause de la propriété de leurs graines de ne pas contenir de caféine. Il faut noter également une deuxième caractéristique importante de ces cafés : la boisson qu'on en tire après torréfaction est, pour la plupart d'entre eux, très amère et les rend pratiquement inconsommables en l'état actuel.

C'est sur ces deux aspects de la composition chimique de ces *Coffeae* que nous avons porté notre attention, en essayant parallèlement d'acquérir une connaissance plus approfondie de leur composition chimique en général. Notre étude concerne dix *Coffeae* différents, représentés sur la photo n° 1 ; à côté de grains typiques de *C. arabica* et *C. robusta*, en haut et à gauche, les dix cafés mis en œuvre ont un aspect macroscopique très variable ; les couleurs diffèrent aussi, allant du jaune au vert, avec deux *Coffeae* colorés en rouge-brun : Gallieni et Mauritiana.

ÉTUDE DE LA TENEUR EN CAFÉINE

La caractéristique la plus intéressante de ces cafés demeure l'absence apparemment totale de caféine ; le problème de la recherche et éventuellement du dosage de cette teneur présente deux aspects particuliers : d'abord la caféine ne peut y être présente qu'en très faible quantité et sera donc difficile à estimer par les moyens courants ; de plus, les échantillons utilisés sont souvent originaires de régions difficiles d'accès et les arbustes dont ils proviennent ne donnent, quand on a la chance d'arriver au moment de la fructification, qu'une très faible récolte de graines, parfois quelques unités seulement. Les procédés de dosage devront donc s'adapter à ces deux nécessités : très faibles quantités de caféine à doser dans des échantillons de dimensions réduites.

Un premier essai de détermination par une méthode courante a été effectué sur quatre *Coffeae* dont une quantité suffisante était disponible : Mauritiana, Gallienii, Bertrandi, Buxifolia. Le but en était de procéder à une première approche des difficultés que présente un tel dosage. La méthode utilisée est celle en usage au Laboratoire Municipal de Paris et est rapportée par NAVELLIER (6). Elle utilise 20 g de café vert et peut se résumer ainsi : déplacement par l'ammoniaque au 1/3, épuisement par le chloroforme, reprise à l'eau acidulée de l'extrait, purification mécanique (paraffine) et chimique (permanganate), évaluation spectrophotométrique de l'extrait aqueux purifié. Les spectres U. V. que nous avons ainsi obtenus ne nous ont pas permis de déceler l'indice d'une présence de caféine ; il faut dire que la méthode utilisée, par ses purification, filtration et extraction successives, présente un risque de perte en caféine, certes quantitativement faible et donc négligeable dans le cas d'un café normal, mais qui ici peut évidemment concerner l'ensemble de la caféine contenue dans l'échantillon.

Nous avons alors repris le même principe d'extraction, mais sans purification : à partir d'un échantillon de chacun des dix *Coffeae*, séché pendant 4 h à l'étuve à 100-102 °C, nous avons effectué un déplacement par NH_4OH 1/3 et un épuisement au chloroforme ; les spectres des extraits ont été tracés dans l'U. V. Les extraits chloroformiques ont été évaporés, repris par l'eau acidulée, et leur spectre à nouveau tracé en solution aqueuse. Les résultats, ramenés à 5 g de café vert sec pour 1.000 ml de solution, figurent sur le graphique n° 2. Les tracés (A) sont les extraits chloroforme, les tracés (B) les extraits aqueux. La densité optique de l'extrait de Gallienii a nécessité une échelle particulière ; cet extrait se distinguait par ailleurs visuellement des autres par sa coloration jaune-brun. Sur chaque spectre un trait vertical fin figure l'emplacement de la longueur d'onde du maximum d'absorption de la caféine pure dans le solvant considéré. Il y a une grande différence dans l'aspect des spectres d'un échantillon à l'autre ; certains extraits chloroformiques présentent des

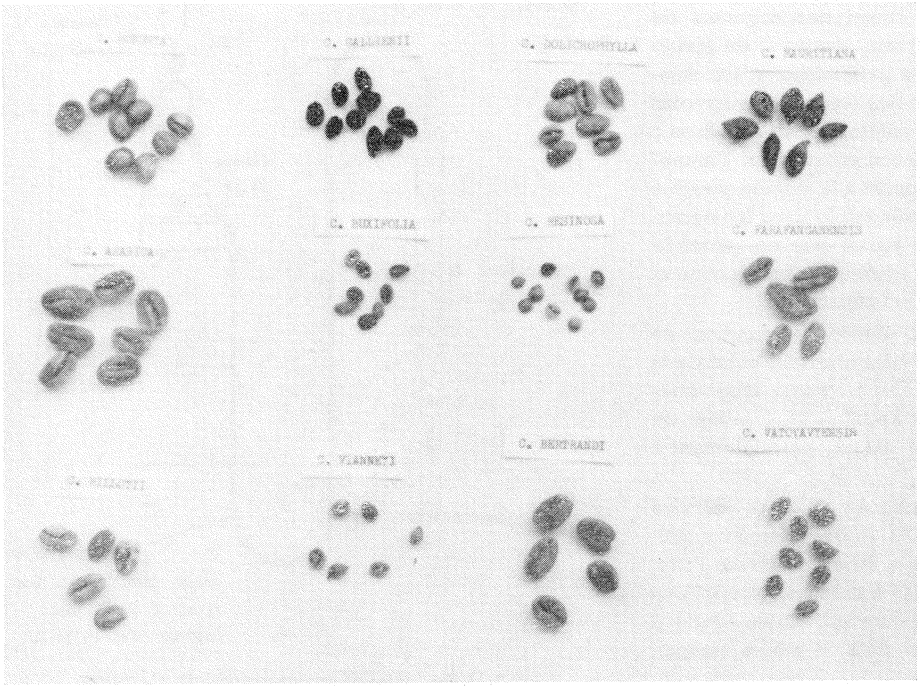


Fig. 1. — *Aspect macroscopique des dix* Coffeae *sauvages étudiés ; en haut et à gauche, un Robusta et un Arabica courants*

maxima d'absorption assimilables à ceux de la caféine (Dolichophyla, Vianneyi, Buxifolia) et, dans une première mise au point sur ce sujet (7), nous avions conclu à une possibilité de présence de caféine, dont la teneur avait été chiffrée à partir de ces spectres. L'examen de l'extrait aqueux correspondant montre que cette conclusion est hasardeuse, le maximum d'absorption de l'extrait étant nettement décalé par rapport à la position de celui de la caféine. Une seule présomption sérieuse demeure pour Buxifolia. Il n'en demeure pas moins qu'une bonne moitié des *Coffeae* présente un maximum d'absorption intéressant entre 250 et 300 mμ.

Nous avons été alors amenés à mettre au point une méthode de séparation plus fine par chromatographie, fondée sur le caractère basique de la molécule de caféine. C'est une chromatographie par élution sur résine échangeuse de cations ; la séparation repose sur les coefficients de partage des composants du mélange entre une résine équilibrée par un ion en solution et la solution d'élution. Le pH et la teneur en cet ion évoluent par gradient continu de façon à diminuer l'affinité au départ très grande de la molécule de caféine pour les groupements actifs de la résine. La solubilité de la caféine en solution aqueuse, variable selon le pH, et la force ionique des ions qui composent le milieu tampon d'élution influent aussi sur la séparation. Ayant porté notre choix sur une résine cationique sous forme Na^+, le pH du tampon de départ devait être acide pour fixer la caféine et ensuite évoluer vers la neutralité. Une première étude des isothermes d'absorption à différents pH nous a amenés à partir d'une résine équilibrée par un tampon à pH 5,1. Indépendamment de cela, pour pouvoir effectuer des analyses portant sur de faibles quantités, nous avons choisi des colonnes de petites dimensions : diamètre 5 mm, longueur de résine 100 à 120 mm. Pour les études préliminaires sur standard nous avons mélangé dans des échantillons témoins à passer dans nos colonnes, caféine et trigonelline ; pourquoi la trigonelline ? D'abord c'est dans l'immédiat un jalon intéressant par rapport à la caféine puisque son volume de rétention est assez faible dans les conditions de l'expérience. Ensuite parce que ce procédé peut servir plus tard pour une éventuelle purification et détermination de cette importante substance.

Si, lors des premiers essais d'élution par gradient de pH, le pic de la trigonelline était bien formé, celui de la caféine présentait une forte traînée : aussi avons-nous été amenés à réaliser pendant l'élution un gradient de teneur en éthanol du mélange éluant, parallèlement à l'augmentation de pH.

La méthode actuellement utilisée peut se décrire ainsi : colonne d'Amberlite CG 120, granulométrie 200-400 mesh, lavée et décantée plusieurs fois à l'eau, diamètre 5 mm, longueur utile 100 à 120 mm, groupement actif Na^+, équilibrée avec un tampon citrate-soude à pH 5,1. Echantillon en solution dans le même tampon placé en tête de la colonne.

ci-contre :

Fig. 2. — *Spectre d'absorption des extraits chloroformiques (A) repris ensuite par l'eau (B) ; 5 g de café vert, sec, dans 100 ml de solvant ; les lignes verticales coupant les spectres figurent la position du maximum d'absorption de la caféine*

Le gradient d'élution est réalisé de la façon suivante : un premier récipient A, en charge sur la colonne, contient 8 ml de solution tampon initiale à pH 5,1 ; en charge sur ce récipient A, un deuxième récipient B contenant une solution à 12 g/l de soude dans l'éthanol à 98 %. L'ensemble étant hermétique, quand un volume dV de solution passe du récipient A dans la colonne, il est remplacé par un égal volume dV venant du récipient B. En appelant C_A la concentration de la solution A (en éthanol ou en Na^+) après l'écoulement d'un volume V de liquide, V_A le volume (ici 8 ml) et C_B la concentration constante de la solution B, la résolution de l'équation différentielle donne :

$$C_A = C_B \left[1 - e^{-\frac{V}{V_A}} \right]$$

en supposant que la concentration initiale C_A est nulle. La figure 3 schématise l'installation. La vitesse d'écoulement est de 1 ml à 1,2 ml par heure. Le fractionnement

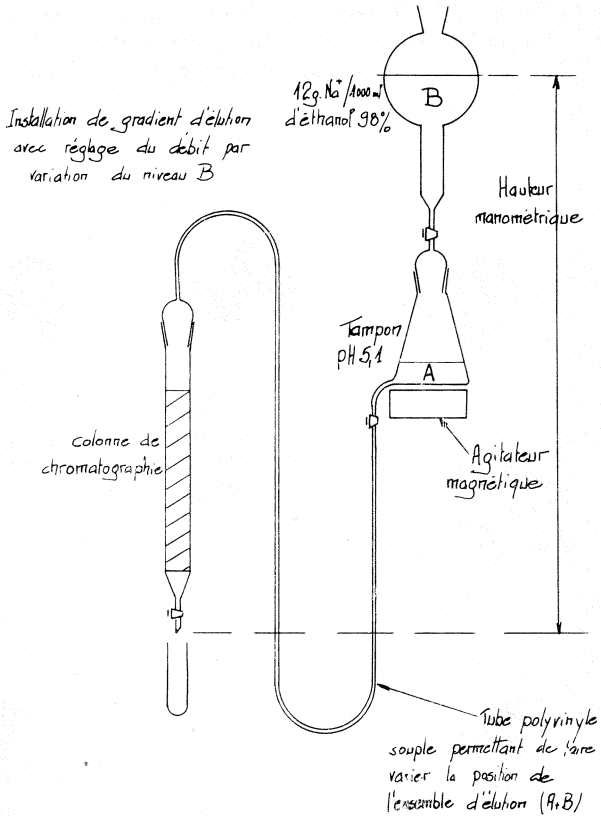
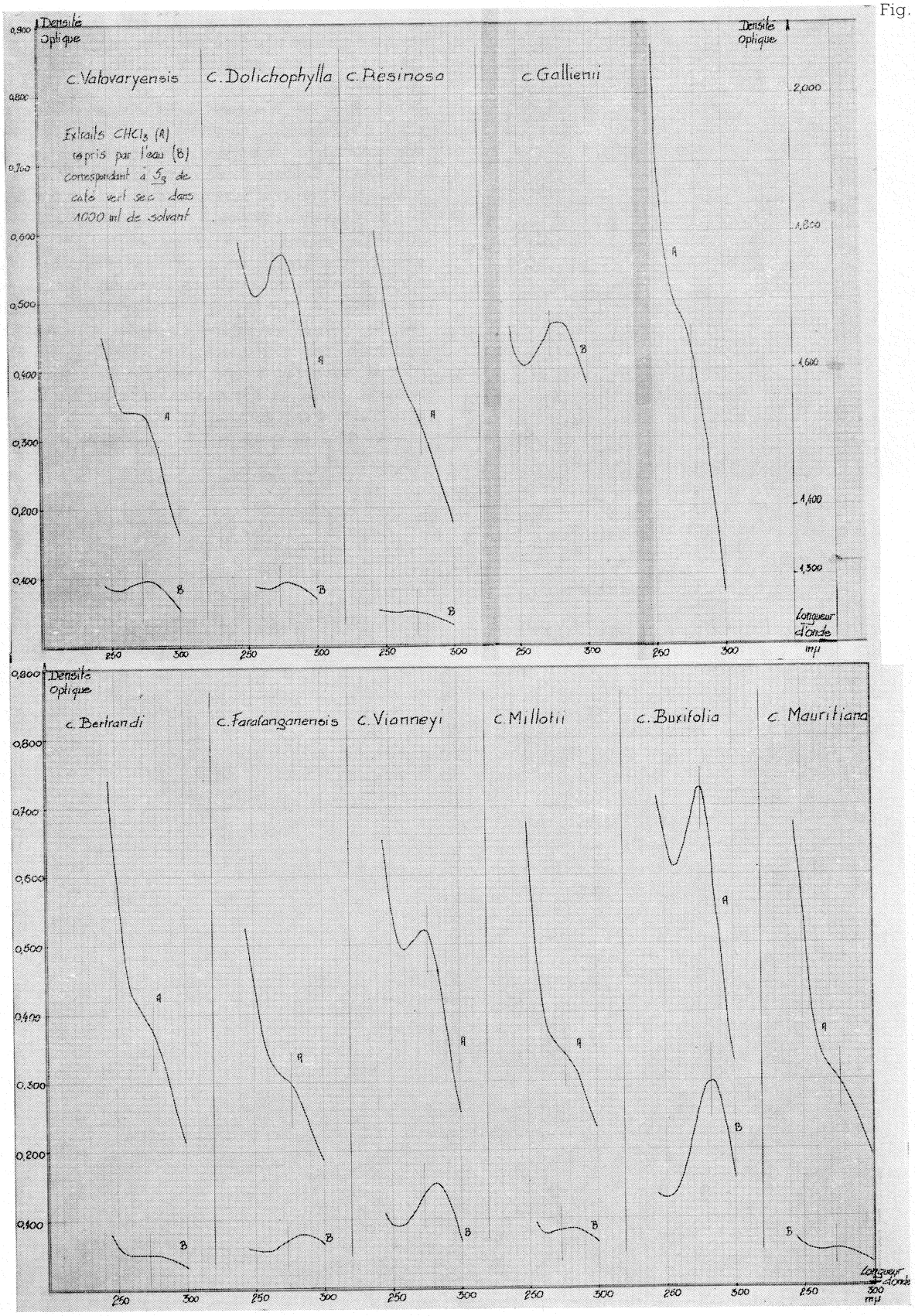


Fig. 3. — *Installation de gradient d'élution*

Fig. 2


Densité Optique
C. Valovaryensis
C. Dolichophylla
C. Resinosa
C. Gallienii
Extraits CHCl3 (A) repris par l'eau (B) correspondant à 5g de café vert sec dans 1000 ml de solvant
Densité Optique
Longueur d'onde
mμ
C. Bertrandi
C. Farafanganensis
C. Vianneyi
C. Millotii
C. Buxifolia
C. Mauritiana
Densité Optique
Longueur d'onde
mμ

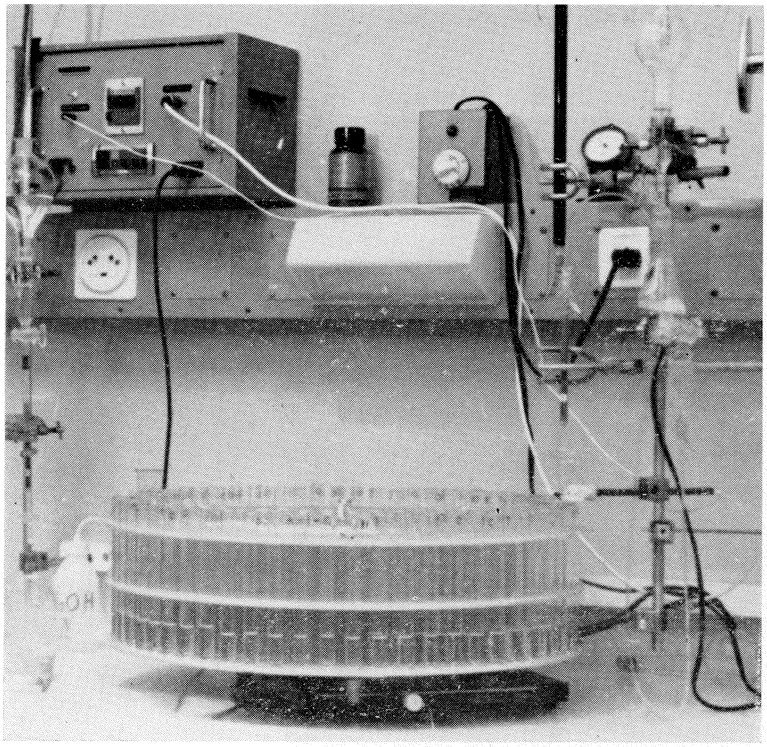


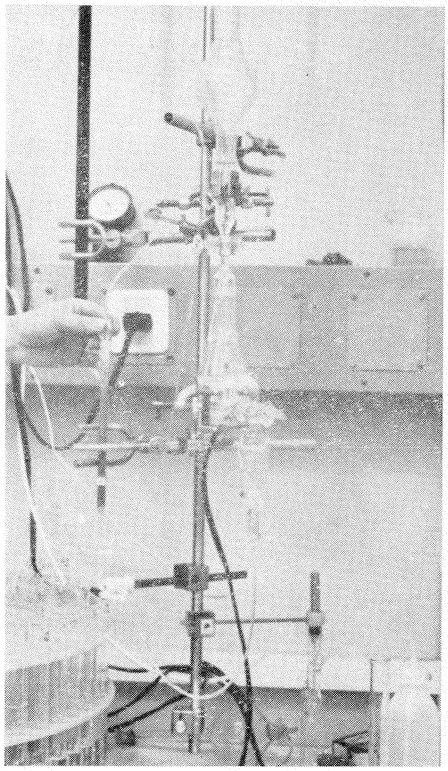
Fig. 4. — *Installation générale de chromatographie*

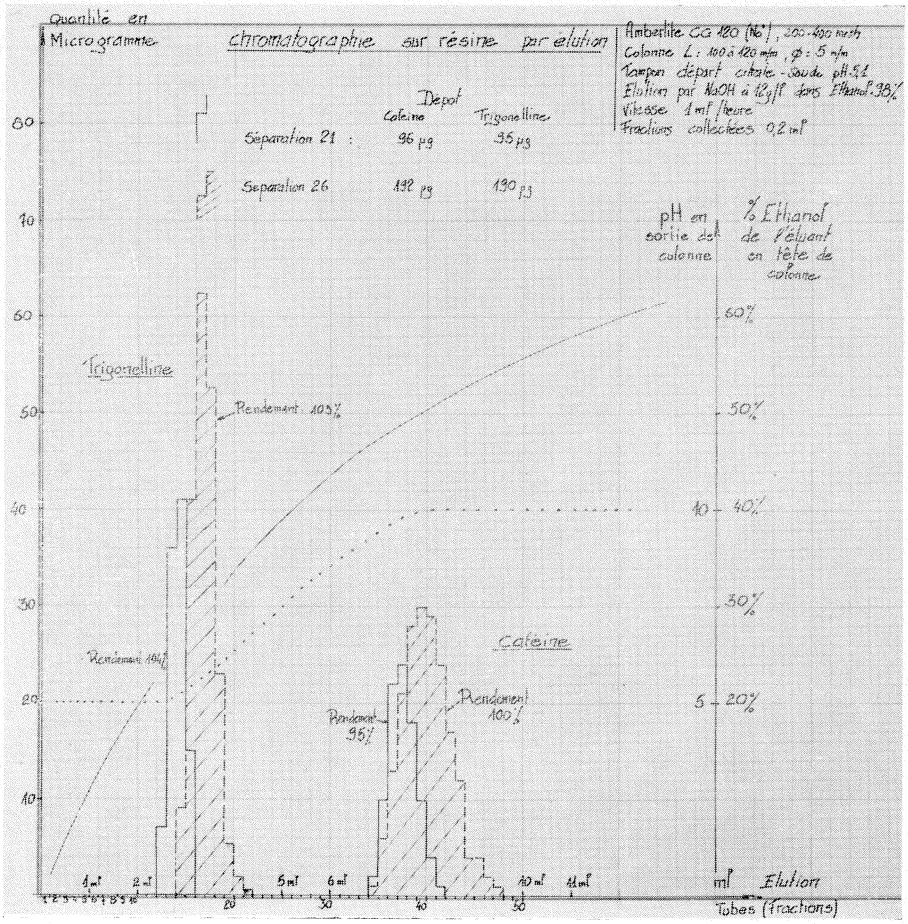
est de 3 gouttes par tube par comptage de goutte. Le contenu des tubes est dilué à 5 ml et mesuré spectrophotométriquement entre 250 et 300 mμ. La photo n° 4 donne une vue d'ensemble de l'installation, avec à droite l'appareillage en ordre de marche et à gauche une colonne en cours de régénération par NaOH N. La photo n° 5 donne le détail de la colonne et de ses accessoires : en haut l'ampoule du solvant B, au centre la fiole du solvant A posée sur l'agitateur magnétique, lui-même branché sur un rupteur donnant un fonctionnement intermittent. La liaison entre le récipient A, où se fait le mélange, et la colonne est assurée par un tube de polyvinyle de très faible diamètre, donc de faible volume mort, ce qui permet de régler la hauteur de la colonne barométrique de liquide, donc le débit.

Cette technique a été appliquée à des mélanges caféine-trigonelline à la concentration de 2 g/1.000 ml pour chacune des deux substances. Le graphique n° 6 montre deux séparations effectuées l'une sur 0,1 ml

Fig. 6. — *Chromatographie sur résine échangeuse d'ions de deux mélanges standards caféine + trigonelline*

Fig. 5. — *Détail de la colonne et du dispositif d'élution*





(graphique en trait plein), l'autre sur 0,2 ml (graphique en trait interrompu avec hachures) de cette solution standard. Le calcul des densités optiques pour chaque fraction a nécessité quelques séparations « à blanc » sans échantillon, de façon à préciser le bruit de fond dû aux réactifs et donc à obtenir une meilleure estimation des deux substances. Les pics sont bien formés et les rendements, c'est-à-dire la proportion de produit récupéré par rapport à la quantité initiale mise en œuvre, sont satisfaisants. Dans les deux séparations, l'apparition des deux corps se fait au même moment, mais si l'augmentation de substances initiales n'a pas affecté grandement l'épaisseur du pic de trigonelline, qui s'est surtout accru en hauteur, par contre, le pic caféine s'est étalé dans la colonne, montrant que l'on est à la limite de la capacité de séparation du système solvant.

Du fait du pouvoir tampon de la résine, le pH de l'éluat en sortie de colonne évolue lentement selon la courbe en pointillé. Enfin, la courbe en trait fin représente l'augmentation de la teneur en éthanol (ou en ions Na^+) ; selon la quantité initiale de solution tampon A (ici 8 ml), cette courbe aura une pente plus ou moins forte.

Nous avons fait par cette technique un essai de séparation sur un extrait chloroformique de *C. buxifolia*, précisément l'extrait même dont nous avons vu les spectres précédemment, lesquels spectres pouvaient laisser espérer la présence de caféine. Cet extrait en solution aqueuse a été évaporé sous vide et repris par une faible quantité de tampon pH 5,1. Nous avons obtenu un chromatogramme encore trop chargé en impuretés pour être exploitable, mais présentant deux points intéressants :

— Une substance qui passe dans les tubes 9 à 13 avec un maximum de densité optique à 280 mμ.

— Un front constant dû à une substance non absorbée qui passe des tubes 25 à 60 sans pic d'élution, avec un maximum de densité optique à 281 mμ.

Le graphique n° 7 montre les spectres des tubes 8 à 14 et le graphique n° 8 le spectre dans le chloroforme de l'ensemble des tubes 25 à 60 réunis, évaporés et repris plusieurs fois par ce solvant, ainsi que le spectre dans l'eau du résidu 25-60 non solubilisé dans le chloroforme. Toutes ces substances sont en cours d'identification. Il est de plus envisagé de refaire une telle séparation avec des extraits mieux purifiés.

Fig. 7. — *Spectre d'absorption des fractions* 8 à 14 *de la chromatographie d'un extrait de* C. buxifolia

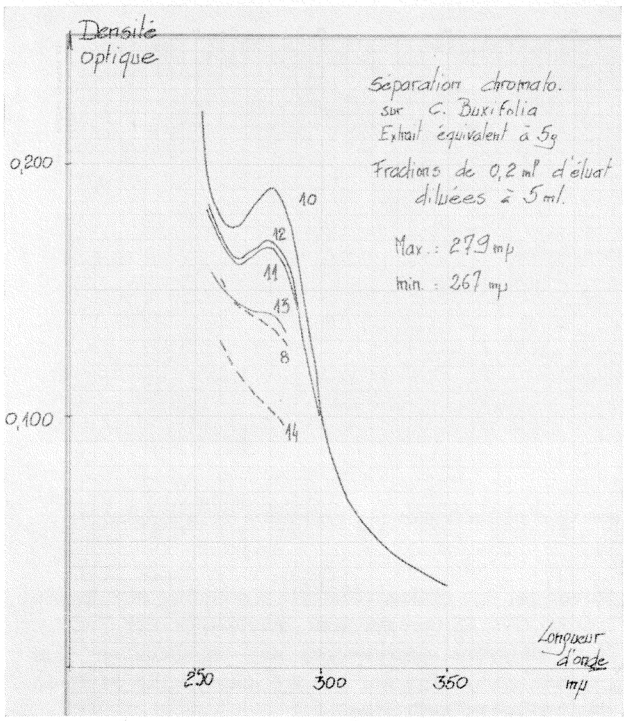
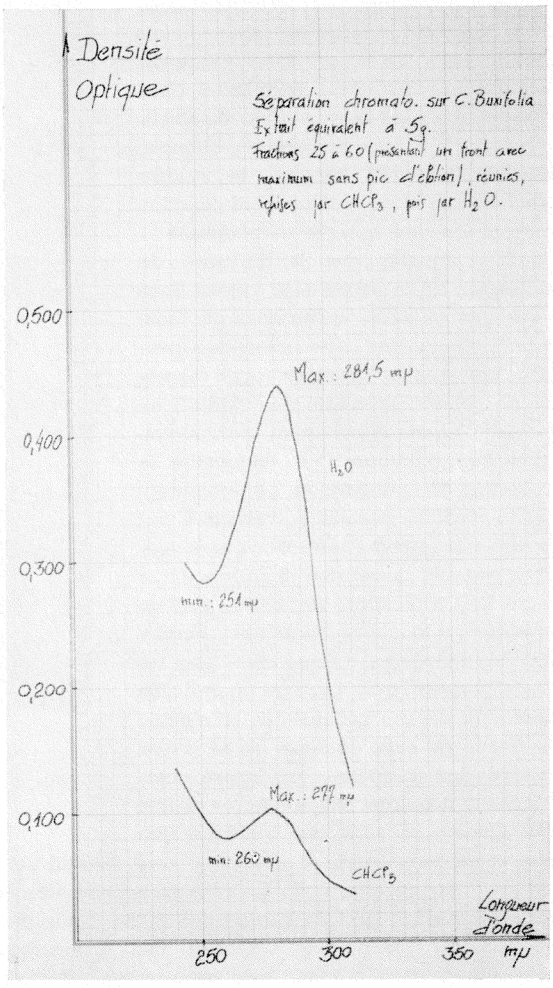


Fig. 8. — *Spectre d'absorption du mélange des fractions* 25 à 60 *d'un extrait de* C. buxifolia



ISOLEMENT DE LA CAFAMARINE

Nous devons passer maintenant à la seconde partie de notre étude, qui se propose d'isoler et d'identifier la (ou les) substance qui rend l'infusion préparée à partir de ces *Coffeae* pratiquement inconsommable, par la forte amertume qu'elle lui confère. Nous continuerons à lui donner le nom de cafamarine choisi par C. BERTRAND. Après divers essais d'orientation sur café torréfié, nous sommes partis d'un échantillon en vert, *C. mauritiana*, car si l'extrait aqueux de ce café torréfié est très amer, l'extrait aqueux obtenu à partir du même café en vert l'est encore plus. La cafamarine préexiste donc dans le café vert.

On peut résumer les caractéristiques de ce corps de la façon suivante : il est soluble dans l'eau et dans l'éthanol, plus facilement à froid semble-t-il dans l'éthanol que dans l'eau, et il est insoluble ou peu soluble dans les solvants chlorés, l'éther sulfurique, l'hexane, le sulfure de carbone ; il ne présente ni fonction acide ni fonction basique caractérisée.

Il faut signaler que la difficulté de l'isolement de la cafamarine réside dans le fait que sa seule caractéristique analytique connue est cette amertume prononcée en solution aqueuse ; ceci nécessite de suivre la trace du produit, au cours des essais d'isolement, par dégustation. Le graphique n° 9 schématise le processus de purification généralement suivi ; parfois, certaines variantes ont pu être introduites (extraction par divers solvants avant la reprise à l'alcool). La fin de la purification est basée sur un tamisage moléculaire dans une longue colonne de résine, c'est-à-dire par un ralentissement des grosses molécules au sein du réseau réticulé de la résine ; à la sortie de cette colonne, on recueille d'abord des fractions glucidiques colorées, puis des fractions incolores à fort goût amer : ce sont ces fractions que nous avons évaporées et soumis à une identification par tracé du spectre I. R. Celui-ci est représenté sur le graphique n° 10 ; il se rapproche de celui d'un hétéroside à groupement aglycone non aromatique, possédant un certain nombre de groupements OH substitués par des radicaux méthyle et peut-être une double liaison C = C (groupement éthylène - CH = CH_2). Nous essayons actuellement une identification plus précise, notamment par analyse élémentaire et étude des produits d'hydrolyse.

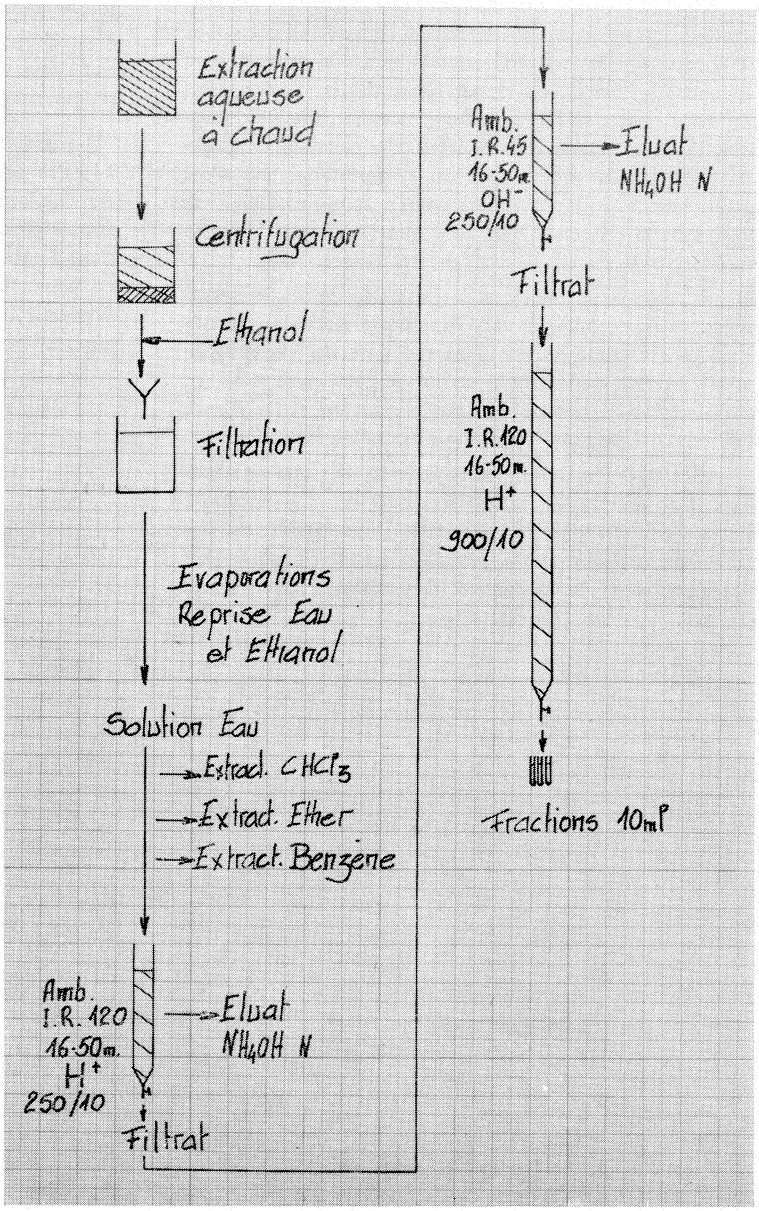


Fig. 9. — *Processus d'extraction et de purification de la cafamarine*

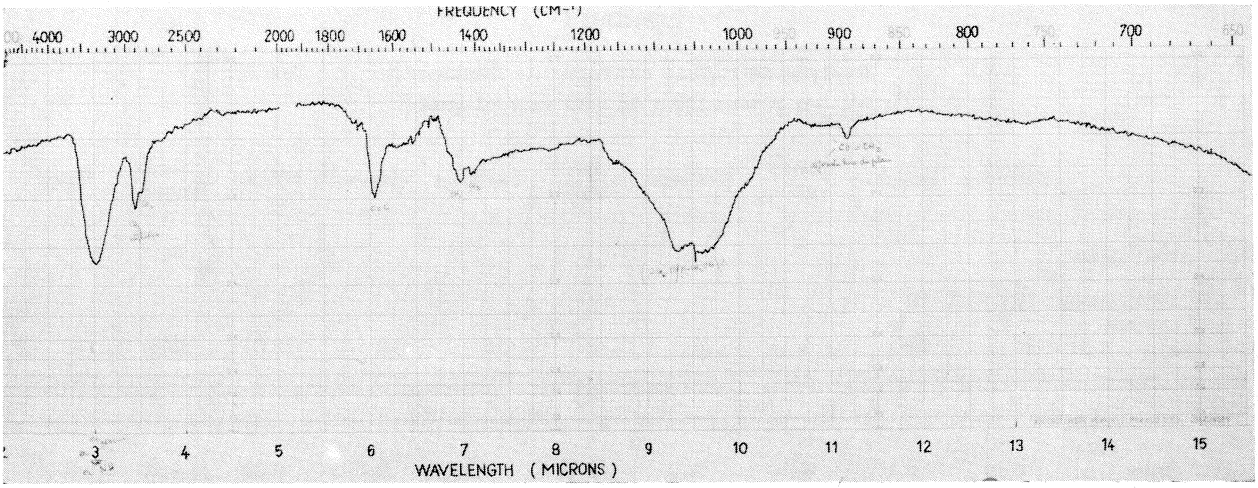


Fig. 10. — *Spectre d'absorption infra-rouge de la cafamarine*

ÉTUDE DES EXTRAITS EAU-ALCOOL. ACIDE CHLOROGÉNIQUE ET TRIGONELLINE

Si la recherche de la teneur en caféine et en cafamarine est primordiale, la connaissance des autres aspects de la composition chimique n'est pas moins intéressante. Nous avons aussi étudié les extraits eau-éthanol (20-80) des *Coffeae* expérimentés de façon à avoir une première idée des teneurs en acide chlorogénique et en trigonelline. Les échantillons, dégraissés à froid par 3 à 5 macérations suivies de centrifugation dans l'hexane, ont été mélangés à une solution eau-éthanol 20/80, placés au réfrigérateur pendant plusieurs heures et centrifugés, et les extraits obtenus passés sur résine anionique Amberlite IR 45 OH^- type analytique, puis sur résine cationique Amberlite IR 120 H^+ type analytique ; les spectres d'absorption entre 250 et 350 mμ de la solution d'origine et des filtrats et éluats à chaque stade de la séparation ont été tracés.

Le graphique n° 11 montre les spectres obtenus, ramenés à 0,5 g de café vert tel quel pour 1.000 ml de solution ; la courbe en trait plein du haut concerne l'extrait initial, la courbe en trait interrompu, l'extrait après passage sur résine anionique : le pic acide chlorogénique souvent très net, a partout disparu. L'élution de cette résine anionique ne nous a pas fourni de spectre permettant de conclure à la fixation puis à l'élution de cet acide sur la résine anionique. Il faut donc supposer qu'il a été détruit soit pendant le stockage des extraits bruts, soit au cours de la séparation. Il est permis toutefois d'estimer sa teneur par différence entre les deux spectres, en sachant que l'extraction à froid eau-éthanol 20/80 n'est pas habituellement quantitative, et que l'incertitude dans laquelle nous nous trouvons au sujet de sa disparition nous commande la prudence dans l'interprétation des résultats. Les chiffres obtenus sont portés dans le tableau I.

La courbe inférieure en trait plein du graphique 11 représente l'éluat de la résine cationique après passage du filtrat anionique sur cette résine : cet éluat contient normalement les substances basiques de l'extrait, et de ce fait le maximum de densité optique dû à la trigonelline est très souvent nettement marqué. L'estimation de cette substance à partir de ces spectres, dont les valeurs figurent dans le tableau I, est également aléatoire, les passages et récupérations sur résine analytique étant difficilement quantitatifs.

Parallèlement à l'étude de ces extraits eau-alcool, nous avons dosé l'acide chlorogénique par la technique de WEISS (8) sur quatre parmi nos dix *Coffeae* expérimentés : digestion à l'eau bouillante et tracé du spectre U. V. avant et après précipitation au sous-acétate de Pb de l'extrait.

Enfin, les opérations de dégraissage grossier à froid précédemment décrites ont donné, par évaporation de l'hexane et pesée des résidus de matières grasses, une indication sur la teneur en substances solubles dans l'hexane à froid. Ces deux séries de résultats figurent aussi dans le tableau I. La méthode de WEISS donne des résultats plus forts en acide chlorogénique que nos estimations sur extraits eau-alcool, mais il faut tenir compte des réserves que nous avons exprimées au sujet de ces dernières, et du fait que les teneurs par WEISS sont exprimées en pour cent de café vert sec ; on peut dire qu'en général les teneurs en acide chlorogénique sont faibles par rapport à celles

TABLEAU I

Analyse de coffeae sauvages de Madagascar en g pour 100 g de café vert tel quel

	Resinosa	Dolich.	Mauri-tiana	Gallienii	Ber-trandi	Buxifolia	Vianneyi	Millotii	Fara-fangan.	Vatov.
Matières grasses par macération à l'hexane à froid	18 à 21	18 à 21	9	12	2	15	12	22,5	25,5	11
Trigonelline Estimation spectro. sur éluat cationique	0,10	0,15	0,50	0,10	0,40	0,50	0,10	0,25	0,20	0,55
Acide chlorogénique Estimation spectro. avant et après résine anionique	1,15	0,60	0,45	0,40	1,00	1,40	0,55	0,25	0,65	0,45
Acide chlorogénique Méthode Weiss en g pour 100 g café vert sec ..	1,35	1,05			1,45	1,60				

des cafés cultivés. Pour la trigonelline, avec les mêmes réserves, les teneurs sont plutôt faibles, mais restent à préciser. Les matières grasses obtenues par simple macération à froid dans l'hexane, sont vraisemblablement inférieures aux teneurs réelles ; par rapport à la gamme que présentent en général les cafés cultivés, la teneur de Mauritiana, Gallienii, Buxifolia, Vianneyi et Vatovaryensis est normale, celle de Résinosa, Dolichophylla et Millotii est assez élevée ; deux chiffres extrêmes : Farafanganensis dont la teneur vraie ramenée au café vert sec doit approcher 30 % et Bertrandi, espèce originaire du sud de Madagascar et présentant une tendance à la xérophilie, dont la teneur est très faible. Toutes ces teneurs seront à préciser.

CONCLUSIONS

Le principal intérêt de ces études préliminaires a été de nous révéler l'ampleur et la complexité des problèmes posés par la composition chimique de ces *Coffeae* sauvages, ainsi que l'enrichissement de nos connaissances que leur résolution permet d'espérer. Les différences que présente chaque *Coffea* par rapport aux autres sont plus nombreuses peut-être que les caractéristiques communes qui nous ont fait les réunir dans une étude globale.

REMERCIEMENTS

Nous ne voudrions pas terminer sans présenter nos remerciements à Mme HEROS, du Laboratoire Municipal de Paris, pour son aide dans l'établissement et l'interprétation des spectres infra-rouge qui figurent dans cette communication, ainsi qu'à M. le Professeur JANOT de la Faculté de Pharmacie et à M. GIANTURCO, de la Société TENCO (Coca-Cola) qui nous ont aimablement proposé de faire dans leur laboratoire d'éventuelles déterminations sur spectrographe de masse.

ci-contre :

Fig. 11. — *Spectre d'absorption des extraits eau-éthanol* (80/20) *avant et après partage sur résines échangeuses d'ions ; 0,5 g de café vert tel quel dans* 1.000 *ml de solvant*

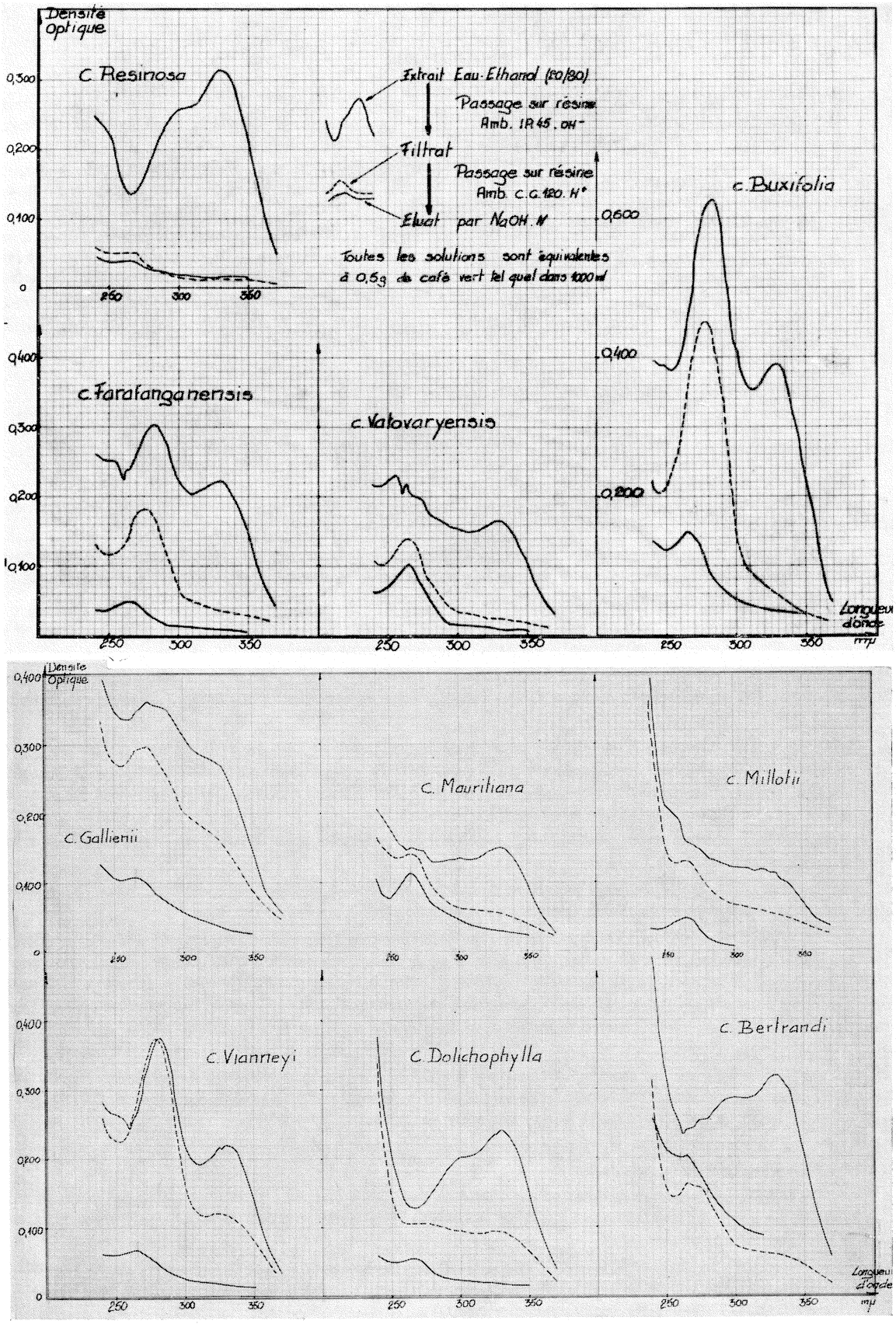

Densité Optique
C. Resinosa
Extrait Eau-Ethanol (20/80)
Passage sur résine Amb. IR 45. OH⁻
Filtrat
Passage sur résine Amb. C.C. 120. H⁺
Eluat par NaOH. N
Toutes les solutions sont équivalentes à 0,5 g de café vert tel quel dans 1000 ml
C. Buxifolia
C. Farafanganensis
C. Valovaryensis
C. Gallienii
C. Mauritiana
C. Millotii
C. Vianneyi
C. Dolichophylla
C. Bertrandi
Longueur d'onde mμ

Fig. 11.

BIBLIOGRAPHIE

1. G. BERTRAND. — « Sur la composition chimique du café de la Grande-Comore ». *C. R. Acad. Sci.*, 1901, nº 132, 162-4 ; *Bull. Soc. Chim.*, 1901, 25/26, 379-81.
2. G. BERTRAND. — « Recherches et dosage de la caféine dans plusieurs espèces de café ». *Agr. Prat. des Pays Chauds*, 1902, **2,** 211-3 ; *Bull. Soc. Pharm.*, oct. 1902, **5,** 283-5.
3. G. BERTRAND. — « Sur les cafés sans caféine ». *C. R. Acad. Sci.*, juil. 1905, 209-11.
4. J. ROSSI. — « Etudes chimiques sur des cafés de Madagascar ». *Ann. Mus. Colon. Marseille*, 1933, **41,** 5e Série, Fasc. 4, 29-41.
5. A. CHEVALIER. — « Un nouveau caféier sauvage de Madagascar à grains sans caféine ». *Rev. Bot. Appl.*, 1937, **17,** 821-26.
6. P. NAVELLIER. — « Chimie du Café » extrait de « Les caféiers et les cafés dans le monde », par R. COSTE, Ed. Larose, Paris, p. 234-5.
7. M. d'ORNANO. — « Résultats préliminaires et orientation de l'étude chimique des *Coffeae* sauvages de Madagascar » *Café, Cacao, Thé* (à paraître).
8. L. C. WEISS. — « Report on chlorogenic acid in coffee ». *J. Ass. Off. Agric. Chem.* (USA), 1957, **40,** 350-54.

DISCUSSION

M. LEVENSON : Will your study include examination of the « coffee-like » species outside the taxonomic concept of coffee ?

— M. d'ORNANO : Nous étudions actuellement dix Coffeae *sauvages et ceci est déjà une entreprise téméraire, car es dix* Coffeae *sauvages sont aussi différents les uns des autres qu'ils sont différents des* Coffeae *cultivés. Il faut donc pour le moment se limiter à ces* Coffeae.

M. POISSON : Avez-vous pu faire l'hydrolyse de la cafamarine pour en déterminer la composition (sucres et aglycone) ? Les éléments que vous possédez ont-ils été tirés de spectres infra-rouges ?

— M. d'ORNANO : Non, nous n'avons pas fait d'hydrolyse. Nous n'avons eu qu'un spectre infra-rouge sur une fraction qui n'était peut-être pas vraiment bien purifiée. On ne peut pas tirer de conclusions sur la nature exacte du groupement aglycone.

M. JANOT : Personnellement, Monsieur, je pourrai vous proposer, le jour où vous aurez l'équivalent de 1 mg d'entité chimique, de le passer au spectre de masse et peut-être de vous donner un renseignement à cette occasion, étant donné que nous avons à Gif toute une équipe, celle de M. LEDERER, qui s'occupe particulièrement des substances amères. Nous avons un certain nombre de spectres de référence.

— M. d'ORNANO : Je vous remercie beaucoup, Monsieur le Professeur, cela me sera en effet très utile pour continuer nos travaux.

M. VERLENGIA : Do you think that it would be possible by selection of these wild varieties of coffee from Madagascar to obtain varieties with low caffeine content and presenting good beverage qualities ?

— M. d'ORNANO : Oui, certains de ces Coffeae *sont expérimentés à la station de l'I. F. C. C. à Madagascar au point de vue botanique, génétique, mise en culture, de façon à avoir des races extrêmement pures, à pouvoir faire des hybridations et à voir si on ne peut pas éliminer de façon génétique cette substance amère et conserver le caractère de non-présence de la caféine. Des essais de croisements ont commencé entre un caféier cultivé et un caféier sauvage pour étudier la façon dont la caféinogenèse se forme chez chacun des deux parents et chez le caféier obtenu par hybridation.*

M. VERLENGIA : I just want to say that at Campinas Dr CARVALHO is now working on an Arabica : the Laurina variety, which beans contain about 5 % less caffeine and about 5 % less oil and give a very good beverage. Dr CARVALHO is starting genetic works to get a coffee with a very low caffeine content.

M. EGLI : Est-ce qu'on a une estimation approximative de la teneur en cafamarine ? Et savez-vous si quelqu'un étudie l'effet physiologique de la cafamarine ?

— M. d'ORNANO : La teneur en cafamarine est peut-être de l'ordre de 0,5 à 1 %. Nous n'avons pas cherché à doser mais à identifier. Le jour où l'identification sera faite, le dosage sera facile et rapide puisque nous aurons un spectre ultra-violet, un spectre infra-rouge, etc...

Quant aux effets physiologiques, je ne crois pas que la cafamarine soit dangereuse puisque ces cafés ont été dégustés par des personnes de l'I.F.C.C. ici présentes. En tous cas, je ne crois pas que la cafamarine soit un hétéroside cyanogénétique. Nous avons fait un ou deux essais qualitatifs rapides pour contrôler ce fait.

ORNANO (M. d'), CHASSEVENT (F.), POUGNEAUD (S.). — **Composition et caractéristiques chimiques de *Coffeae* sauvages de Madagascar. 1) — Recherches préliminaires sur leur teneur en caféine et isolement de la cafamarine.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 131-144, fig., tabl., réf.

Les *Coffeae* sauvages originaires des Iles Mascareignes (Madagascar, Comores, etc.) ont été étudiés principalement par G. BERTRAND, et leur classification à part au sein du genre *Coffea* est due à leur teneur supposée nul le en caféine. L'étude entreprise ici se propose tout d'abord de faire la lumière sur la teneur réelle en caféine d'une dizaine de ces cafés, et éventuellement sur l'identité et le rôle des composés proches de celle-ci dont on serait amené à déceler la présence ; après quelques essais de détermination par des méthodes classiques, une micro-méthode spécialement adaptée à ce problème de dosage de quantités très faibles de méthyl-xanthines est mise au point : chromatographie de partage sur résine cationique échangeuse de cations en milieu tamponné avec élution par gradient. Les résultats obtenus par cette méthode sur des mélanges standards et sur des extraits de café sauvage sont donnés.

La deuxième propriété de la plupart de ces *Coffeae* est la très forte amertume de leur infusion après torréfaction ; l'isolement de la (ou des) substance responsable de cette amertume et son début d'identification est détaillé : cette substance, la cafamarine, préexiste dans le café vert, et sa structure serait celle d'un hétéroside à groupement aglycone non aromatique.

Enfin, quelques analyses destinées à obtenir une première approximation de la teneur de ces *Coffeae* en acide chlorogénique, en trigonelline et en matières grasses extractibles à froid par l'hexane ont été conduites ; on obtient des teneurs très faibles pour les deux premières substances et parfois assez fortes pour les matières grasses.

Ces travaux ne sont qu'une première approche d'un problème qui se révèle très complexe par l'originalité de chacun de ces cafés sauvages mis en œuvre.

ORNANO (M. d'), CHASSEVENT (F.), POUGNEAUD (S.). — **Chemical composition and characteristics of wild *Coffeae* from Madagascar. 1) Preliminary research into their caffein content and the isolation of cafamarine.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 131-144, fig., tabl., réf.

Wild coffees originating from the Mascareigne Islands (Madagascar, Comores, etc.) have been studied especially by G. BERTRAND, and their special separate classification in the family of the genus *Coffea* is because of their supposedly nil caffeine content. Study undertaken here tries first to shed light on the real amount of caffeine in about ten of these coffees, and possibly on the nature and role of the substances related to it which may happen to be discovered ; after a few trials of determination by classical methods, a micro-method especially adapted to this probleme of determining very small amounts of methyl-xanthines is evolved : chromatographic analysis on buffered ion-exchange resins by gradient elution. Data obtained by this method on standard blends and on extracts of wild coffees are tabulated.

The second characteristic of almost all these coffees is the very strong bitterness of their liquors after roasting ; the isolation of the bitter substance (or substances) and the beginning of its identification is described ; this compound, called cafamarine, already exists in green coffee, and its structure seems to be the one of a non-aromatic aglycone group heteroside.

Finally, a few analyses designed to obtain an approximation of the amount of chlorogenic acid, trigonellin and fats soluble in cold hexane in the coffees have been carried out ; amounts are very small for the first two substances, and sometimes rather high for the fats.

This work is a first approach to a problem that remains extremely complicated because of the special characteristics of each of the wild coffees studied.

ORNANO (M. d'), CHASSEVENT (F.), POUGNEAUD (S.). — **Über die Zusammensetzung und chemische Eigentümlichkeiten wilder Kaffees aus Madagaskar. 1) Vorläufige Untersuchungen über ihren Koffein - Gehalt und « Kaffamarin » - Ausscheidung.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 131-144, fig., tabl., réf.

Die wilden aus Maskarenen (Madagascar, Komoren, u. s. w...) abstammenden Kaffees wurden besonders von G. BERTRAND untersucht und ihre Sonderklassifizierung in der Art *Coffeae* ist auf ihren null angegebenen Koffein-Gehalt begründet. Diese Untersuchung hat zum ersten Ziel, den wahren Koffein-Gehalt von etwa zehn Kaffees zu erklären und etwaigenfalls die Identifizierung und Rollekenntnis der ähnlichen Stoffe, die nachgewiesen werden könnten. Nach einigen Bestimmungsversuchen durch klassische Verfahren wurde eine extrakleinen Methylxanthin-Mengen entsprechende Mikromethode ausgearbeitet : es handelt sich um eine Verteilungschromatographie auf Kationenaustauschsäule in Puffermilieu und mit einem Gradient des Lösungsmittels während der

Eluierung. Die durch diese Methode erhaltenen Ergebnisse werden für Standardmischungen (Koffein und Trigonellin) und Extrakten von wilden Kaffees gegeben.

Die andere Eigenschaft der meisten wilden Kaffees ist das sehr bittere Geschmack ihrer Aufgüsse nach Rösten. Die Ausscheidung der für die Bitterkeit verantwortlichenden Substanzen und die ersten Stufen der Identifizierung werden eingehend vorgetragen. Die « Kaffamarin » ist schon in rohen wilden Kaffees anwesend und ihre Struktur würde einer Heterosidstruktur ähnlich sein, deren nicht — Kohlenhydratanteil nicht — aromatisch sein würde.

Schliesslich wurden einige Analysen durchgeführt, um eine Ahnung über die Chlorogensäure-, Trigonellin- und Fettstoffengehalte dieser Kaffees zu erhalten. Die Ergebnisse ergeben sehr geringe Mengen für die zwei ersten Substanzen und manchmal ziemlich hohe Fettstoffenmengen.

Es handelt sich erst um Vorversuchen, da diese Frage sich durch die Eigenartigkeit jedes wilden Kaffees sehr verwickelt erweist.

ORNANO (M. d'), CHASSEVENT (F.), POUGNEAUD (S.). — **Composición y características químicas de *Coffeae* silvestres de Madagascar. 1) Investigaciones preliminares sobre su contenido de cafeína y aislamiento de la cafamarina.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 131-144, fig., tabl., réf.

Los *Coffeae* silvestres originarios de las Islas Mascareñas (Madagascar, Comoras, etc...) fueron estudiados, especialmente por G. BERTRAND y su clasificación aparte, dentro del género *Coffea*, se debe a su contenido de cafeina supuesto nulo. Los objetivos del presente estudio han sido : determinar el contenido real de cafeína de unos diez cafés y, eventualmente, identificar y conocer el papel de los compuestos afines cuya presencia podría detectarse ; después de unos ensayos de determinación con los métodos clásicos, se desarrollo un micrométodo especialmente adaptado a este problema de dosificación de cantidades muy pequeñas de metilxantinas : cromatografía de separación sobre resinas catimnicas caóbiadoras de cationes. Se dan los resultados obtenidos con este método sobre mezclas standard y extractos de café silvestre.

La segunda propiedad de la mayor parte de estos *Coffeae* es la amargura fortísima de su infusión después de la tostadura ; se describe detalladamente cómo se ha aislado la (o las) substancia (s) responsable (s) de dicha amargura y cómo se ha empezado su identificación : esta substancia, la cafamarina, existe y a en el café verde y su estructura sería la de un heterósido de agrupemiento aglícono no aromático.

Hiciéronse finalmente unos análisis con el objeto de obtener para estos *Coffeae* una primera aproximación de los contenidos de ácido clorogénico, trigonelina y substancias grasas extractibles en frío con el hexano ; se hallan valores muy reducidos para las dos primeras substancias y valores a veces muy altos para las materias grasas.

Con estos trabajos se ha querido solamente abordar un problema que se revela muy complejo dada la originalidad de cada uno de los cafés silvestres examinados.

ORNANO (M. d'), CHASSEVENT (F.), POUGNEAUD (S.). — **Composição e características químicas dos *Coffeae* espontâneos de Madagascar. 1) Pesquisa preliminar sobre o teor em cafeína e isolamento da cafamarina.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 131-144, fig., tabl., réf.

Os *Coffeae* espontâneos das Ilhas Mascarenhas (Madagascar, Comores, etc.) foram estudados principalmente por G. BERTRAND, e a sua classificação fora do género *Coffea* deve-se ao facto de se ter suposto ser nulo o seu teor em cafeína. O estudo agora empreendido propõe-se, antes do mais, fazer luz sobre o teor real em cafeína de uma dezena destes cafés ; e eventualmente esclarecer a identidade e o papel dos compostos que lhe estão próximos, a presença dos quais se será levado a notar. Depois de alguns ensaios de determinação pelos métodos clássicos, apurou-se um micrométodo especialmente adaptado a este problema de dosagem de quantidades muito fracas de metilxantinas : cromatografia por separação sobre resina catiónica, troca de catiões, em meio tamponizado com elução por gradiante. São dados os resultados obtidos por este método sobre misturas padrão e sobre extractos de café espontâneo.

A segunda propriedade da maioria dos *Coffeae* é o mais forte amargor da sua infusão depois de torrados ; dão-se detalhes do isolamento da (ou das) substância responsável por este amargo e da tentativa da sua identificação. Esta substância, a cafarmarina, existe prèviamente no café cru, e a sua estrutura parece ser a de um heterosido, de agrupamento aglicono, não aromático.

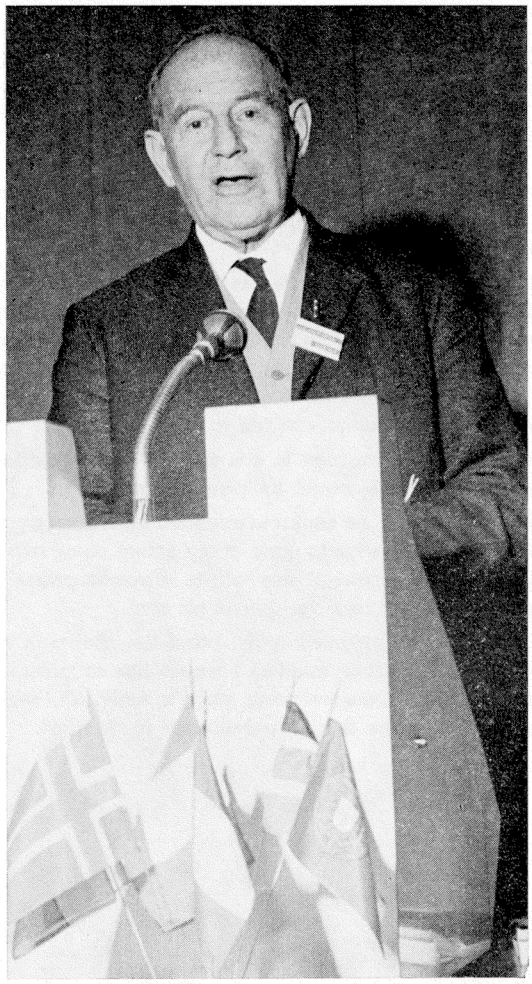
Finalmente, foram feitas algumas análises destinadas a obter uma primeira aproximação do teor destes *Coffeae* em ácido clorogénico, em trigonelina e em matérias gordas, extractíveis a frio pelo hexano. Obtiveram-se teores muito fracos para as duas primeiras substâncias e, por vezes, bastante altos para as matérias gordas.

Estes trabalhos não são mais do que uma primeira aproximação do problema que se revela muito complexo pelo originalidade de cada um dos cafés espontâneos que se analisaram.

PRELIMINARY REPORT ON THE TENTATIVE ORGANIZATION OF AN INTERNATIONAL COOPERATION IN THE FIELD OF RESEARCH INTO THE AROMA OF COFFEE AND ESPECIALLY BY GAS-CHROMATOGRAPHY

INTRODUCTION

J.-E. HEESTERMAN
Royal tropical institute, Amsterdam



The speaker referred to discussions at the first « Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés » in May 1963, aimed at creating the working group.

As a result of these discussions he had accepted the responsibility of the secretariat, understanding that all technical matters should be referred to Dr WEURMAN of the Central Institute for Nutrition and Food Research, TNO, now located at Zeist, Holland.

In cooperation with Dr WEURMAN, a questionnaire was sent out to interested participants of the first « Colloque » and some other research workers.

Twenty replies to this questionnaire had been received and the general tendency of the answers was that there were good possibilities for useful joint investigations.

The replies received with regard to the questionnaire have been summarized in a document entitled :

« Summary of answers received on questionnaire on proposals aimed at international cooperation with regard to methods and techniques of research connected with the aroma of coffee ».

The principal results, taken from the replies received, were that there is general agreement on starting the working group and on including in its activities gathering of bibliographical data including bibliographical data on related subjects. It was agreed that also subjects such as isolation of aroma components, standardization of solvents, equipment for extraction and distillation, methods of extraction and distillation, practical analysis of aroma concentrates or head-space

vapour mixtures and methods of expressing analytical results, would be included in the programme and that this work-programme should not be limited to the study of gas-chromatography methods but that also other chromatography methods were to be included.

In view of the general agreement to start the work, the activities of the working group started with a joint analysis of the headspace mixture of an aqueous solution of 10 volatile compounds. Dr WEURMAN was asked to discuss this first joint experiment.

REPORT ON THE ACTIVITIES OF THE WORKING-PARTY OF THE SUB-COMMITTEE ON COFFEE-ODOUR RESEARCH METHODS

C. WEURMAN, T. N. O., Zeist

As a result of the answers received on the questionnaire sent out by the sub-committee on coffee-odour research methods and reported on by Dr J. E. HEESTERMAN, finally eleven active participants joined in the working party :

This party now consists of the following research workers or groups : 2 Italian, 1 French, 1 W-German, 3 Dutch, 1 English, 1 Danish, 1 Swedish and 1 Norwegian.

To all these co-operators an explanatory description was sent on how the first joint experiment would be performed ; how the gas-chromatographic apparatus for that particular experiment should be readied, and how the resulting chromatogram should be annotated and sent to Dr HEESTERMAN as an independent non-active co-operator.

After announcing its arrival a sample for investigation was sent to all participants. The sample was to be analysed for the composition of its head space vapour. It consisted of an aqueous solution of 10 volatile compounds, which were made known to the co-operators, together with their concentration, in sequence of their leaving the prescribed chromatographic column.

Dr HEESTERMAN is now waiting for the incoming resulting chromatograms.

These chromatograms will be copied on arrival. Any indication of their origin will be omitted. Further they will be coded and passed on to Dr WEURMAN. They will be judged by him and his colleagues by calculations and other considerations on :

a) the number of theoretical plates of the column which had been used ;

b) the separation efficiency of the columns ;

c) the irregularities of the base line (drift, noise, etc.) ;

d) the sensitivity of the detection system ;

e) the form of the peaks (height ratios, symmetry, smoothing of top).

It will be tried to establish and discuss the cause of possible imperfections, such as the bleeding of stationary phase, dirty flame, insufficient earth leads, impurities on the recorder wire, incorrect injection technique,



condensation and insufficient evaporation of the sample on top of the column, temperature instability of the column oven, etc.

Copies of these discussions on all chromatograms will be sent to the co-operators in the working-party, who will be invited to criticise and correct these discussions and to enlarge on them. Such comments should also be sent to Dr HEESTERMAN where they will be copied and coded and thus forwarded to all co-operators.

It is hoped to improve in this way on our joint efforts more quickly than would be possible otherwise.

Finally it might be useful to mention again that by the proposed arrangements none of the active co-operators will know the origin of any of the chromatograms or comments he will receive, except his own.

This ends the proper report, but if the chairman can give me a few more minutes I would like to point out some results of the working party's activities, which reached me since the preparation of this report.

I have put up here on the blackboard the chromatograms, which have been received so far. Of course a discussion of them at this time is not desirable or even possible, but I hope that those of you who are interested in such a discussion will join us on Friday morning when we can all have a close look at the chromatograms and when other matters concerning the working party can be considered as well.

You can further see on the table, which is now shown but which still carries a preliminary character, how I propose to deal with these chromatograms of the working party, copies of which, along with the discussion on them as shown here, will be sent to all the participants.

Further comments on these chromatograms and suggestions on how to improve our techniques will be given and also sent to the participants as has already been mentioned in the report.

If then finally I try and survey at this too early moment the results, which so far have come in, I feel inclined to already conclude that we will reach our first objective. For the participants who now have finished investigating the sample, which was sent to them, clearly have shown that by the use of the proposed method of analysis chromatograms are obtained which indeed make it possible to have fruitful discussions. If one of the participants points to a certain peak in his chromatogram, all others now directly know which peak in their own chromatogram corresponds with it. Differences in separation efficiency, sensitivity and ratio of peak heights can readily be discussed amongst them for their meaning and cause. This certainly would have been virtually impossible if different stationary phases, detectors, and column and sample equilibration temperatures would have been used by each of the co-operators.

Another aspect which has become apparent is that the participants, how much they may differ in their experience in this particular field of research, all have produced results, which are quite acceptable, even if improvement, fortunately, is still possible.

This holds out good hope for us that the participants whose chromatograms will come in later and might show some lack of quality, can quickly be put on the right track with the help of the others.

For there is one danger of our plans to fail. And that is the danger, that some of us might hesitate and then decide not to forward their resulting chromatogram because of a lack of quality.

Let us finish this preliminary survey of results by expressing the hope that no one of the participants shall act this way and that some new participants shall still decide to join the working-party.

DISCUSSION

M. WOOTTON : Are the studies undertaken by the members of the working group on gas chromatography limited to particular injection techniques, apparatus, columns, etc. ? I ask this since it is possible that East Africa can contribute to this work in a small way.

— M. WEURMAN : Yes we welcome everybody who would like to join the working-party. But up to now, at least, we have prescribed the working conditions ; there are objections against that, but I still believe that it was the best way to start.

We have asked all the participants to use a column of a certain length, a column of four meters ; that is not because we liked to have a four meter long column, but because we liked to have a certain separation efficiency. We have asked to use alumina or glass columns instead of stainless steel or copper columns because we know that later on, when we are investigating coffee flavours, sulphur compounds are of rather great importance and they react with the metal of the column, if it is copper or stainless steel. Certainly, for the starting experiment that is of no importance.

Another thing is that we have suggested to use an apparatus which could be raised at temperatures to about 250 °C. It is a temperature that we shall not use actually, but it may be possible some day to also use higher temperatures.

Not all the participants had the opportunity of following the prescribed suggestions and it is interesting to see now that if we observe differences in these chromatograms, all of a sudden we don't know what they are caused by.

So we hope that people will as much as possible follow the suggestions of the leader of the working party whoever in the future he might be. Those who feel enclined to join the working-party, if they tell us so, will be given right away the formula letters which have been sent out to the participants and in which these suggestions have been given.

M. SMITH : A disadvantage of « head space » analysis could be that only highly volatile constituents up to acetyl propionyl would be detected. Is Dr WEURMAN considering methods of concentration of aroma fractions by distillation or by solvent extraction ?

Is any plan being made to attempt eventually to identify aroma constituents even by identification of the aroma of the effluent from the column as each peak emerge from an electron capture detector ?

M. WEURMAN : Your first question, about lower compounds which are only indicated in head space analysis, is a question that always arises. Now, of course, one must realize that if we use other methods like distillation, that means concentration steps, etc..., one shifts more or less the problem. But basically, I agree with you.

If this may be of interest to you, we use a column which support has been treated in a specific way, a well known way to must of us : the chromosorb has been heated for 100 h at 130 °C ; it loses then very much of its absorption properties which cause a lot of tailing. We can then apply to that support very low percentages of stationary phase and so use the column at rather low temperatures and still get very high boiling peaks coming off early in the chromatograms. It won't separate the highly volatile compounds of course but the high boiling compounds are shifted to the lower retention times and therefore we get much sharper peaks which would not have appeared in our chromatograms if we had used the column as we did in the working group experiments.

We might easily try to come to techniques like that later on, we might also come to techniques of distillation and freeze concentration, etc., to increase the concentration of volatile products. Then we could extract and inject the concentrate, according to standard procedures, to go to very high boiling compounds.

But to do that with eleven people in different countries, and still get the same results, is an entreprise which I should not like to sart with early in the beginning of the working party.

Your second question was on identification : yes, I think that it would pay if we could do that, but it is a difficult matter. On the one hand, the ways of identification are wide open to the ingenuity of the chemists who are working, on the other hand there is a lot of rather expensive instruments.

I don't know if it would be wise to do that now. The aim of this working party is to define a method, or methods, of investigating the aroma which enable the participants to have contacts with colleagues in the field.

I think that we should postpone identification of new compounds. It is true that the electron capture detector indicates compounds which in a low concentration are not indicated by flame ionization detectors and among these compounds some might have a great influence on the overall aroma.

HEESTERMAN (J. E.), WEURMAN (C.). — **Rapport préliminaire sur les tentatives d'organisation d'une coopération internationale dans le domaine de la recherche de l'arôme du café, spécialement par chromatographie en phase gazeuse.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 145-149.

M. Heesterman présente un résumé des réponses reçues à la suite d'un questionnaire adressé après le premier colloque pour mettre au point le fonctionnement du groupe de travail sur l'arôme du café et indique les domaines d'activité de ce groupe.

M. Weurman donne le principe d'organisation du groupe et montre comment l'anonymat des résultats envoyés est observé, comment les chromatogrammes reçus sont comparés, examinés, critiqués et comment des suggestions sont faites aux participants pour améliorer leurs résultats. Il présente quelques chromatogrammes d'un même échantillon qu'il a reçus.

HEESTERMAN (J. E.), WEURMAN (C.). — **Preliminary report on the tentative organization of an international cooperation in the field of research into the aroma of coffee and especially by gas-chromatography.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 145-149.

Mr. Heesterman gives us a synopsis of the replies received following a questionnaire sent out after the first symposium in order to co-ordinate the work of a study group on the aroma of coffee and indicates the fields of activity of the group.

Mr. Weurman gives us the principle of the organisation of the group and shows how the anonymity of the results received is preserved, how the chromatograms received are compared, examined and criticised and how suggestions are made to senders in order to improve their results. He shows several chromatograms of a single sample which he had received.

HEESTERMAN (J. E.), WEURMAN (C.). — **Vorbericht über den Versuch einer internationalen Zusammenarbeit auf dem Gebiet der Kaffee-Aromaforschung, speziell mittels Gaschromatographie.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 145-149.

H. Heesterman bringt eine Zusammenfassung der Antworten die auf Grund eines nach dem ersten Kolloquium verschickten Fragebogens zwecks Festsetzung der Tätigkeit der Arbeitsgruppe für Kaffeearoma eingegangen waren und gibt den Tätigkeitsbereich dieser Gruppe an.

H. Weurman gibt die Organisationsgrundlage für diese Gruppe bekannt, weist auf die Wahrung der Anonymität der eingegangenen Antworten hin und zeigt wie die erhaltenen Chromatogramme verglichen, geprüft und einer Kritik unterzogen werden und wie den Teilnehmern Anregungen zur Verbesserung ihrer Ergebnisse gemacht werden. Er legt einige erhaltene Chromatogramme der selben Probe ein.

HEESTERMAN (J. E.), WEURMAN (C.). — **Informe preliminar sobre las tentativas de organización de una cooperación internacional en el campo de la investigación del aroma del café, especialmente según el método de cromatografía en fase gaseosa.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 145-149.

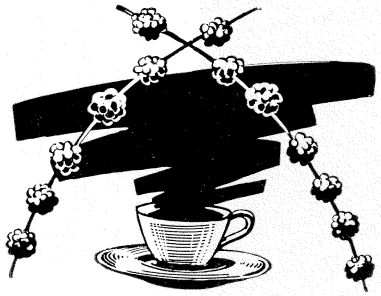
El señor Heesterman presenta un resumen de las respuestas al cuestionario que ha sido propuesto después del primer coloquio con el fin de precisar el funcionamiento del grupo de trabajo sobre el aroma del café e indica los campos de actividad de este grupo.

El señor Weurman establece el principio de organización del grupo y muestra cómo se respecta el anónimo de los resultados mandados, cómo se comparan, examinan y critican los cromatogramas recibidos y cuales son las sugestiones hechas a los participantes para mejorar sus resultados. Presenta algunos cromatogramas de una misma muestra que le fueron mandados.

HEESTERMAN (J. E.), WEURMAN (C.). — **Relatório preliminar sobre a tentativa de organizar a cooperação internacional no domínio da pesquisa do aroma do café, especialmente por cromatografia em fase gasosa.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 145-149.

Heesterman apresenta um resumo das respostas recebidas a um questionário, feito depois do primeiro colóquio, para aperfeiçoar o funcionamento do grupo de trabalho sobre o aroma do café, e indica os campos de actividade deste grupo.

Weurman apresenta os princípios da organização do grupo e mostra como foi respeitado o anonimato dos resultados enviados, como os cromatogramas recebidos são comparados, examinados, criticados e como foram feitas sugestões aos participantes para melhorar os seus resultados. Apresenta também alguns cromatogramas de uma mesma amostra que recebeu.



CARACTÈRES ANALYTIQUES DE L'ARÔME DE CAFÉ

D. REYMOND, G. PICTET, R. H. EGLI
Laboratoire de recherche des produits Nestlé, Vevey

Dans cette communication, nous désignerons sous le terme « arôme de café » le complexe de substances volatiles que l'on obtient en distillant à la vapeur d'eau une préparation de café. Nous utilisons **deux montages pour isoler l'arôme** :

a) une installation de distillation qui permet d'opérer à une vitesse d'entraînement contrôlée et à la température de 100°, le distillat étant recueilli à 10° environ (Fig. 1) ;

b) pour la chromatographie en phase gazeuse un appareillage d'entraînement à l'azote dans lequel nous condensons un concentré aromatique dans une trappe froide à — 60° (Fig. 2).

D. REYMOND



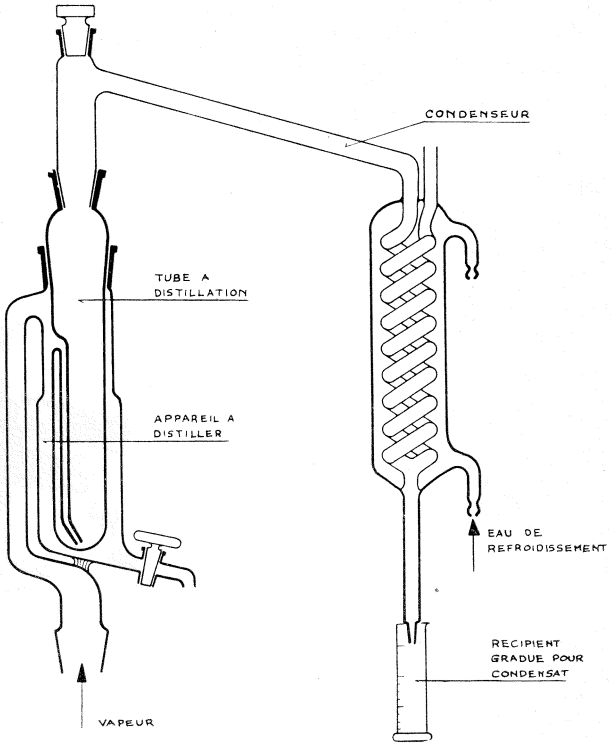


Fig. 1. — *Appareil pour entraîner à la vapeur l'arôme de café*

MÉTHODES

Nous employons trois méthodes dans notre laboratoire pour caractériser l'arôme de café :

Mesure de l'indice d'oxydation

Nous utilisons la méthode de WYLER-HÖEGL (1) en soumettant l'arôme provenant de la distillation de 5 g de café rôti à une oxydation au bichromate de potassium en milieu acide ; l'excès d'oxydant est titré par iodométrie après une période de réaction de 30 minutes et nous exprimons l'indice d'oxydation en milliéquivalents d'oxydant consommé par g de café. On sait que cette méthode a fait l'objet de nombreuses études parmi lesquelles nous citerons les travaux de WURZIGER (2) (3), PEKKARINEN et PORKA (4), FARBER (5).

Mesure de l'absorption dans l'ultra-violet

Nous déterminons le spectre d'absorption ultra-violet d'une solution aqueuse diluée d'arôme provenant de 1 g de café rôti. On observe deux maxima importants dans les régions de 212 et 273 mμ dont les hauteurs sont mesurées en unités de densité optique.

Chromatogrammes en phase gazeuse

Nous avons modifié la méthode de RHOADES (6) et exposé les détails de cette modification dans des publications antérieures (REYMOND et al. 7,8). L'arôme concentré qui a été isolé dans la trappe froide est injecté directement dans une colonne microcapillaire de GOLAY (9) contenant la phase stationnaire UCON-LB-550-X.

Les pics détectés par ionisation de flamme sont automatiquement intégrés à l'aide d'une installation INFOTRONICS (10) (Fig. 2).

Nous utilisons les indices de rétention proposés par KOVATS (11) pour repérer les positions ; les chromatogrammes montrent l'allure générale des spectres obtenus à partir d'échantillons de 10 g de cafés rôtis (Fig. 3).

Pour obtenir l'information sur l'équilibre de l'arôme, nous transformons les données d'intégration en divisant la surface de chaque pic par celle du méthyl-2-butanal (Indice de Kovats 755) que nous avons choisi comme standard interne. La tabulation des chiffres d'équilibre ainsi obtenus permet de dessiner un « aromagramme » dans lequel on reporte en abscisse les indices de KOVATS des différents pics et en ordonnées les valeurs relatives des surfaces ; on peut ainsi comparer entre eux plusieurs arômes (Fig. 4).

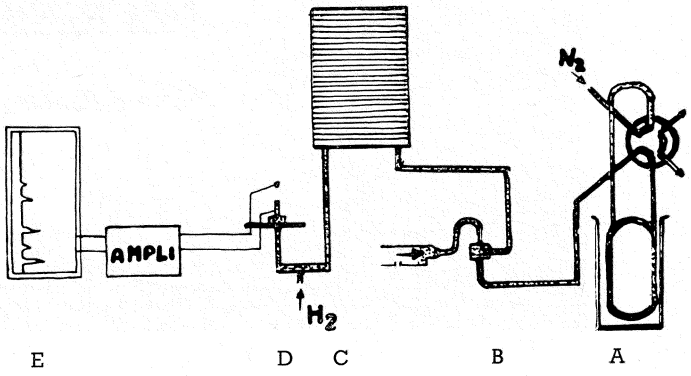


Fig. 2. — *Montage de chromatographie en phase gazeuse.*

Le concentré aromatique de la trappe A est injecté dans le « bypass » B ; le 1/100e est séparé sur la colonne microcapillaire C et les pics détectés par ionisation de flamme D.

Les courbes apparaissent sur l'enregistreur E.

TRAITEMENT DE L'INFORMATION

Si nous analysons un arôme de café par les trois méthodes que nous venons de décrire, nous obtenons les informations suivantes :

— **indice d'oxydation** de l'arôme exprimé en milliéquivalents d'oxydant consommé par g de café ;

— **valeur d'absorption à 212 mμ** en unités de densité optique par g de café ;

— **valeur d'absorption à 273 mμ** en unités de densité optique par g de café ;

— **quotient des valeurs d'absorption (212/273) ;**

— **surface totale du chromatogramme à gaz** en unités d'intégration par g de café ;

— « **aromagramme** » **: valeurs relatives au méthyl-2-butanal** des différents constituants.

Ces informations permettent donc de définir d'une part la quantité, d'autre part l'équilibre de l'arôme du café.

Il est difficile d'obtenir une corrélation entre les divers

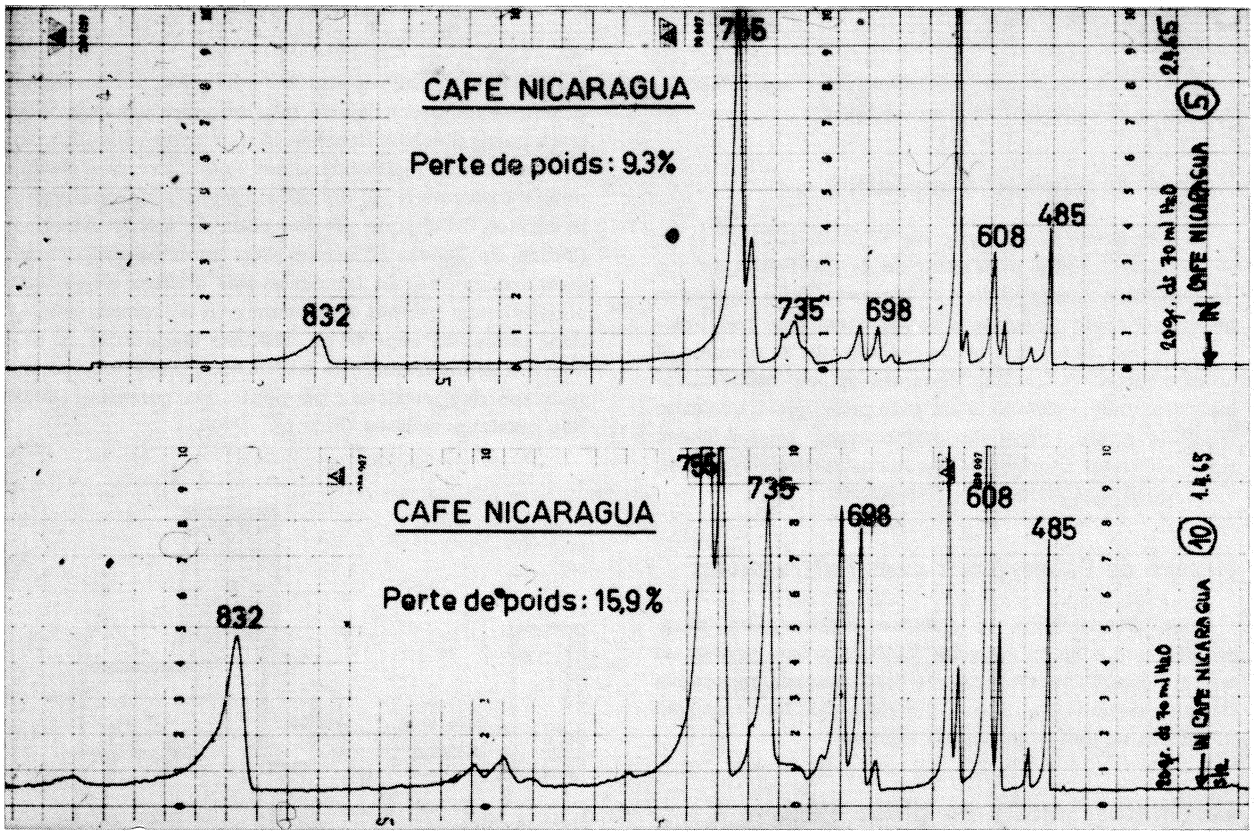


Fig. 3. — *Chromatogrammes en phase gazeuse de cafés rôtis : les chiffres indiqués sur certains pics sont leurs indices de Kovats*

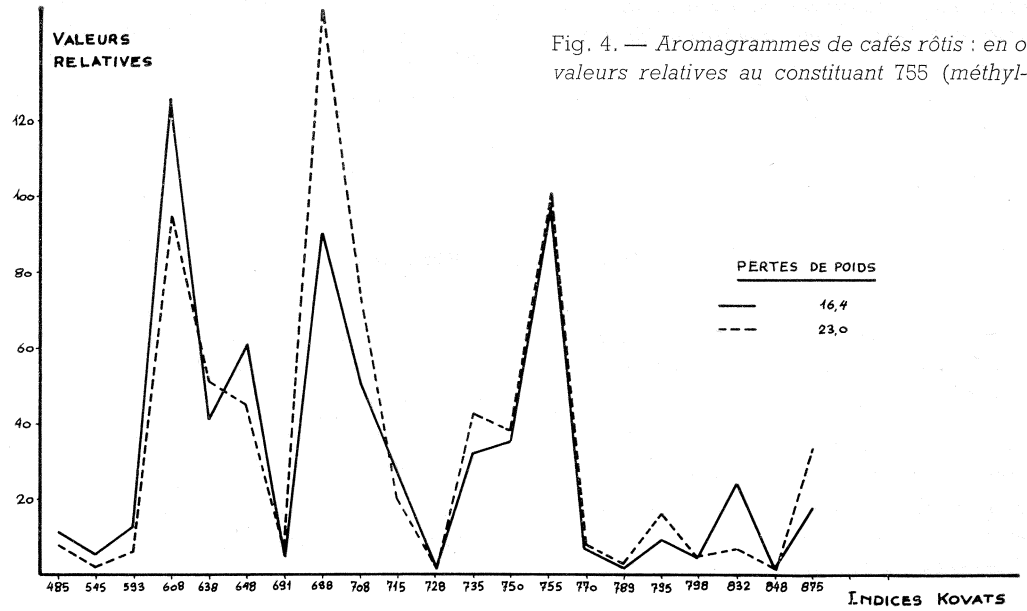


Fig. 4. — *Aromagrammes de cafés rôtis : en ordonnées, valeurs relatives au constituant 755 (méthyl-2-butanal)*

résultats pour définir la quantité d'arôme présente dans une préparation de café. Dans l'exemple que nous donnerons sur l'analyse de l'effet du degré de torréfaction sur le complexe aromatique, nous verrons que l'on observe une évolution similaire des indices d'oxydation et des valeurs d'absorption à 212 mμ ; dans d'autres cas, on observe également une corrélation entre certains groupes de résultats. Nous n'avons pas entrepris d'étude systématique à ce sujet, puisque la méthode chromatographique que nous utilisons ne permet d'analyser qu'une zone restreinte de l'arôme, soit celle des constituants dont les points d'ébullition sont compris entre 0 et 100 ° sous pression ordinaire.

Pour caractériser l'équilibre de l'arôme, nous avons à notre disposition le quotient des valeurs d'absorption dans l'ultra-violet et les valeurs d'équilibre des « aromagrammes » ; la première méthode donne une valeur globale tandis que la méthode chromatographique livre des indications précieuses sur les importances relatives des constituants dans le complexe aromatique de café.

INFLUENCE DU DEGRÉ DE TORRÉFACTION SUR L'ARÔME

Ces considérations vont être illustrées par les résultats que nous avons obtenus en étudiant l'influence du degré de torréfaction sur l'arôme d'un échantillon de café du Nicaragua.

Indice d'oxydation

L'indice d'oxydation passe par une valeur élevée pour une perte de poids de 17,5 % correspondant à un café fortement torréfié (Fig. 5).

Absorption dans l'ultra-violet

L'évolution de l'absorption montre que l'on obtient des courbes homologues dont l'intensité augmente avec le degré de torréfaction ; la figure 6 représente un arôme de café faiblement torréfié. A partir d'un degré de rôtissage critique on voit paraître une troisième zone intéressante dans la région comprise entre 250 et 270 mμ (Fig. 7) ; cette région est prédominante sur le maximum à 272 mμ lorsque le café est brûlé. La valeur du maximum d'absorption à 212 mμ augmente fortement avec le degré de torréfaction en passant par un sommet pour une perte de poids de 17,5 % correspondant à un café fortement torréfié (Fig. 8).

Enfin, le quotient des valeurs d'absorption donne une courbe plus compliquée qui présente deux sommets à des pertes de poids de 6 % et de 16 % (Fig. 9).

Chromatogrammes en phase gazeuse

Nous observons des fluctuations de valeurs très importantes pour les surfaces totales des chromatogrammes ; on peut donc tout au plus définir un domaine d'évolution qui passe lui aussi par un sommet dans la zone commerciale d'utilisation des cafés rôtis.

L'examen des quantités de chaque constituant montre également un fort degré de dispersion des valeurs ;

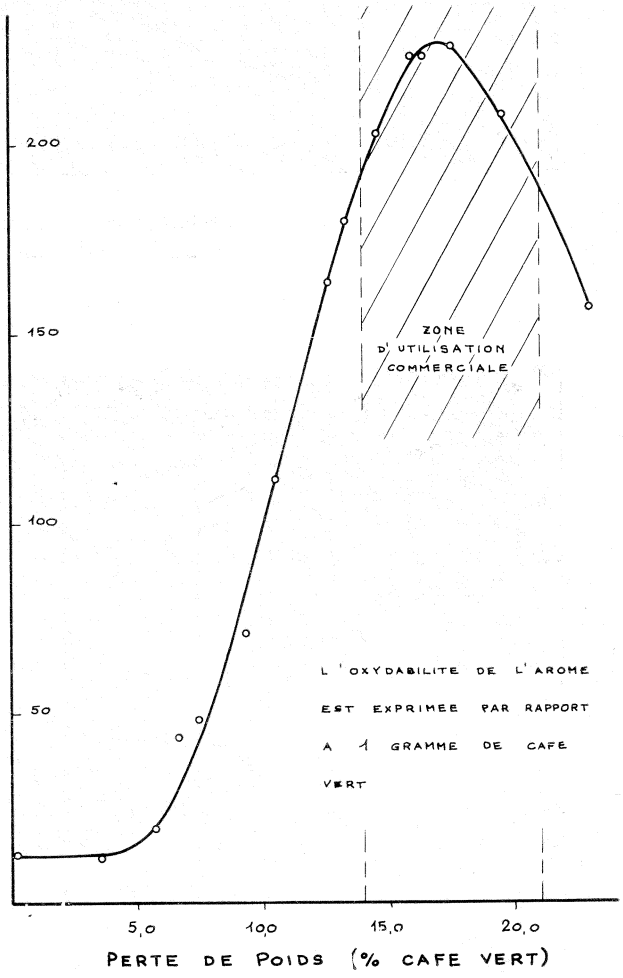


Fig. 5. — *Evolution de l'indice d'oxydation en fonction de la perte de poids à la torréfaction ; l'oxydabilité de l'arôme est exprimée en milliéquivalents d'oxydant consommé par gramme de café vert*

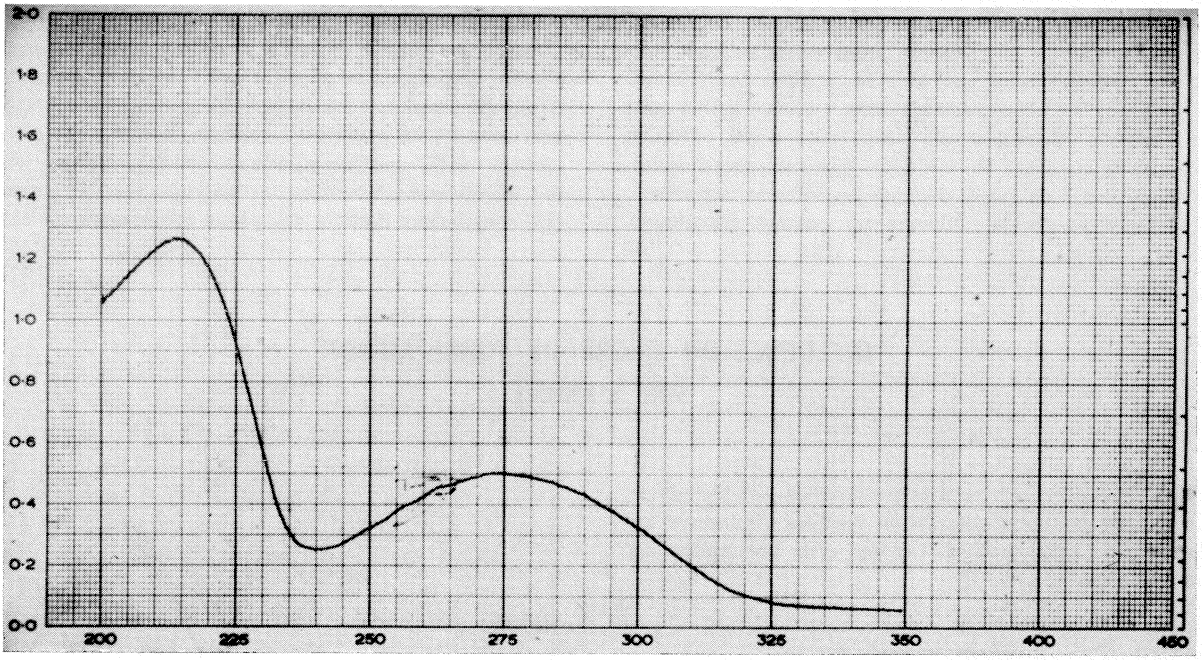


Fig. 6. — *Spectre ultraviolet d'un arôme de café à degré de torréfaction faible ; en ordonnée les unités de densité optique ; en abscisse les longueurs d'onde.*

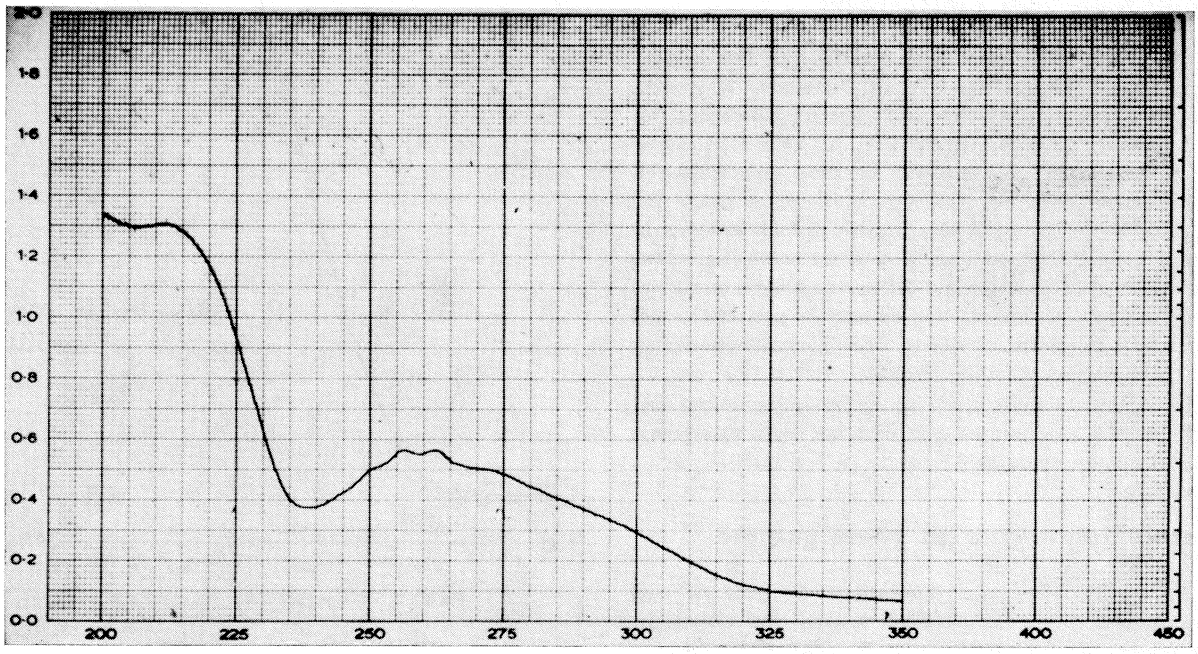


Fig. 7. — *Spectre ultraviolet d'un arôme de café à degré de torréfaction poussé ; en ordonnée les unités de densité optique ; en abscisse les longueurs d'onde.*

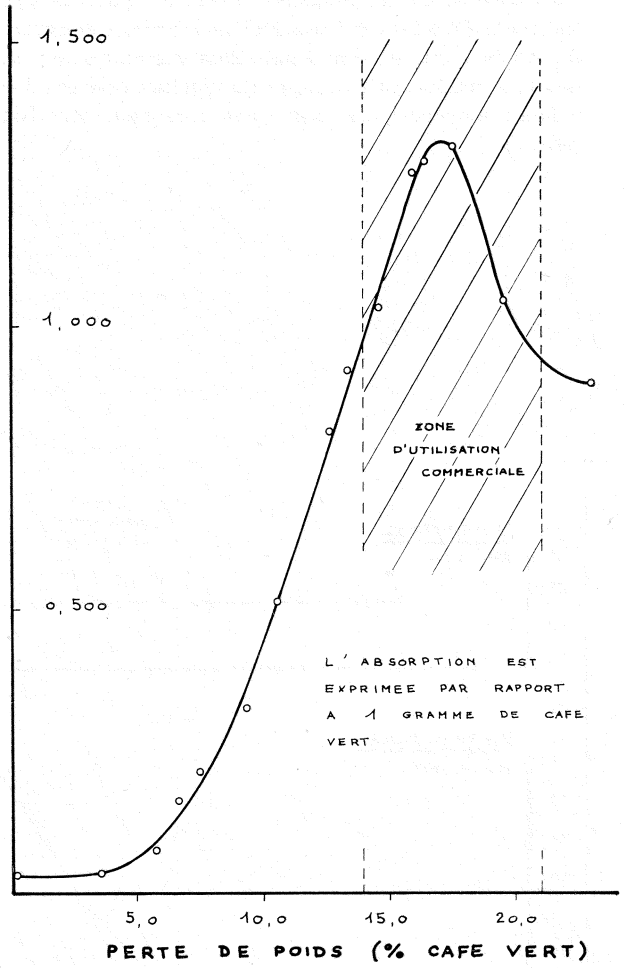


Fig. 8. — *Evolution de l'absorption ultra-violette à 212 mμ en fonction de la perte de poids à la torréfaction ; l'absorption est exprimée en unités de densité optique par gramme de café vert*

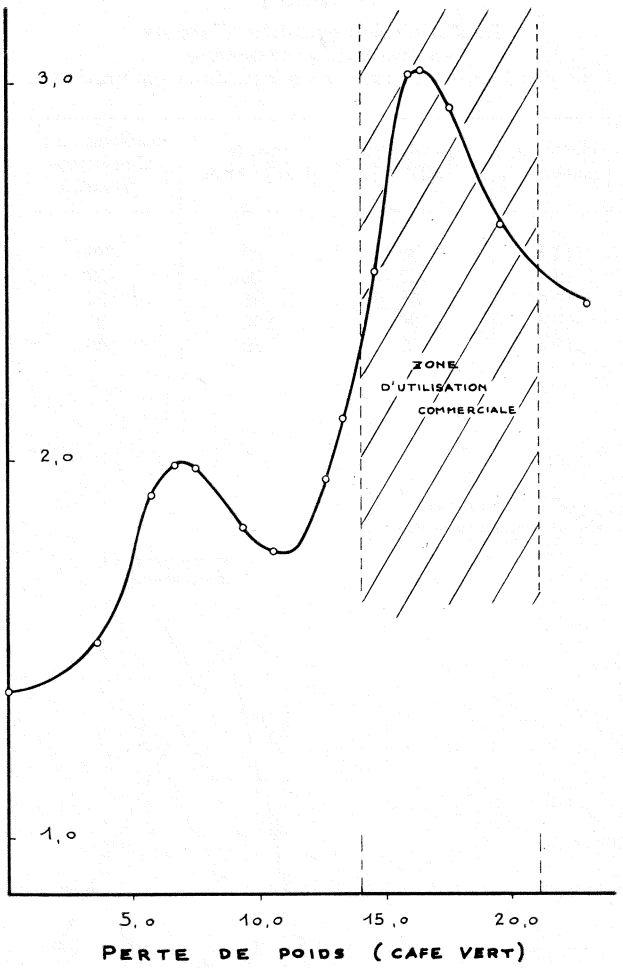


Fig. 9. — *Evolution du quotient des valeurs d'absorption à 212 et 273 mμ en fonction de la perte de poids à la torréfaction*

en particulier, les surfaces du méthyl-2-butanal présentent une évolution analogue à celle de la surface totale des chromatogrammes ; la transformation des données d'intégration en « aromagrammes » offre donc l'avantage de réduire la dispersion des chiffres puisque les fluctuations seront compensées dans une certaine mesure par celles du méthyl-2-butanal que nous avons choisi comme standard interne. L'évolution des « aromagrammes » permet de définir trois classes de substances :

a) celles qui présentent des valeurs relatives constantes : dans la figure 11, l'isopentanal est créé au cours de la torréfaction à un taux voisin de celui du standard interne ;

b) celles qui présentent des valeurs d'équilibre augmentant avec le degré de torréfaction : le taux de production du méthyl-2-furan augmente avec l'intensité du traitement thermique ;

c) celles qui présentent une valeur d'équilibre élevée pour un certain degré de torréfaction : le taux de production de la pentane-dione-2,3 (acétylpropionyle) passe par un sommet pour une perte de poids de 12,6 % correspondant à un échantillon de café situé en-deçà de la zone d'utilisation commerciale.

En groupant les informations, nous arrivons donc aux conclusions suivantes pour caractériser le degré de torréfaction :

TABLEAU I

Evolution des quantités d'arôme en fonction du rôtissage

Quantité d'arôme mesurée en p. cent de valeur maximum

Perte de poids en %	Absorption à 212 mμ	Indice d'oxydation	Surface du chromato-gramme
14,6	78	90	73
15,9	97	99	39
16,4	98	98	100
17,5	100	100	59
19,5	79	92	48

— L'évolution des quantités d'arôme mesurées par les trois méthodes a été reportée en fonction des pertes de poids dans la zone d'utilisation commerciale ; on constate que les trois groupes de résultats donnent des valeurs élevées pour des cafés fortement torréfiés (tabl. I).

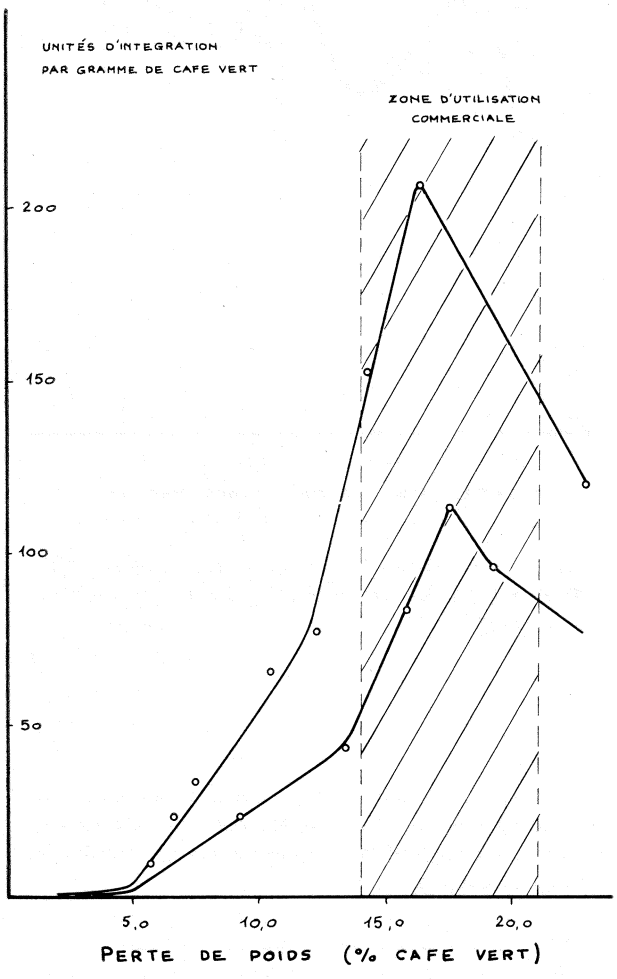


Fig. 10. — *Evolution de la surface totale des chromatogrammes à gaz en fonction de la perte de poids à la torréfaction ;*

La surface est exprimée en unités d'intégration Infotronics par gramme de café vert présent dans la prise d'échantillon (bypass réglé sur 1/100e)

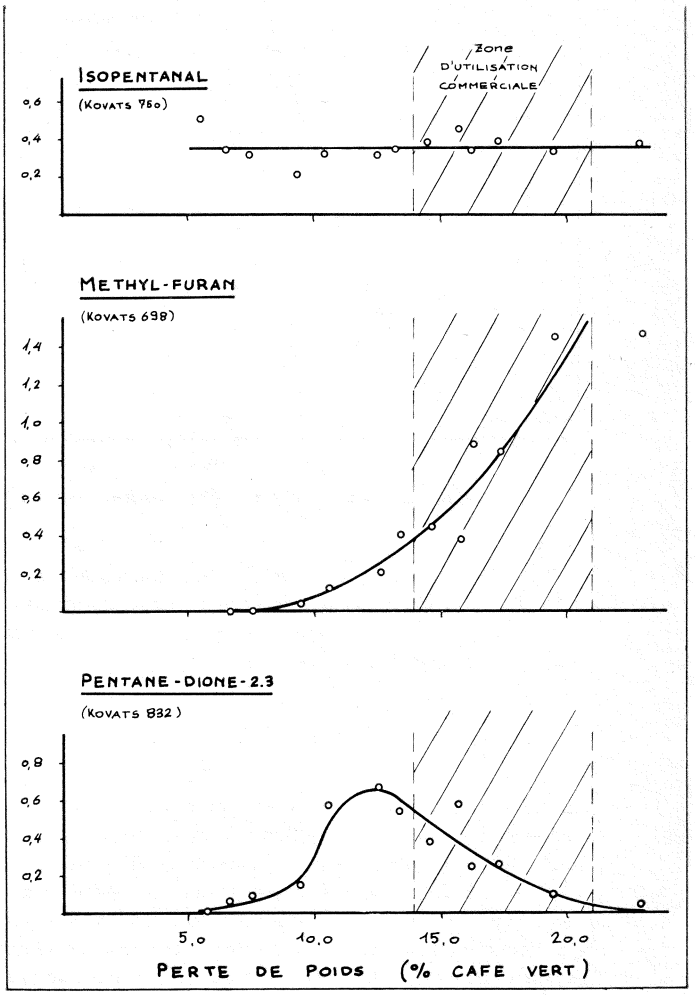


Fig. 11. — *Evolution des valeurs d'équilibre en fonction de la perte de poids à la torréfaction*
1,0 = Kovats 755)

TABLEAU II

Evolution de l'équilibre de l'arôme en fonction du rôtissage

Pertes de poids en %	Quotient des valeurs à 212 et 273 mμ	Aromagramme : valeurs relatives au méthylbutanal de			
		Isobutanal	Acétate de méthyle	Méthylfuran	Pentane dione 2,3
14,6	2,5	0,5	0,2	0,4	0,4
15,9	3,0	0,5	0,1	0,4	0,6
16,4	3,0	0,6	0,4	0,9	0,2
17,5	2,9	0,5	0,4	0,9	0,2
19,5	2,6	0,6	0,7	1,5	0,1

— Enfin, l'étude de l'équilibre de l'arôme en fonction du rôtissage montre que le quotient des valeurs d'absorption dans l'ultra-violet passe par un sommet pour un café présentant un degré de torréfaction moyen ; l'examen des « aromagrammes » permet d'étudier l'évolution de chaque constituant au cours du rôtissage ; dans le tableau II, l'isobutanal, l'isopentanal et le méthyl-2-butanal sont créés au même taux par le traitement thermique : la proportion de pentanedione décroît tandis que le méthylfuran, l'acétate de méthyle croissent au contraire en proportion lorsque le degré de rôtissage augmente.

CONCLUSION

Il est difficile d'établir une corrélation entre les résultats que nous avons obtenus en appliquant les méthodes de mesure de l'indice d'oxydation, de l'absorption dans l'ultraviolet et la chromatographie en phase gazeuse pour caractériser l'arôme volatil du café. Nous espérons cependant que l'information apportée sur les variations d'équilibre permettra de mieux comprendre les phénomènes chimiques complexes qui se produisent au cours de la torréfaction du café.

BIBLIOGRAPHIE

1. O. WYLER et O. HÖGL. — *Deutsch. Lebensm. Rdschau*, **49**, 101 (1953).
2. J. WURZIGER. — *Café Cacao Thé*, **7**, 253 (1963).
3. J. WURZIGER.— *Kaffee u. Tee Markt*, **15**, n° 6, 8 (1965).
4. L. PEKKARINEN et E. PORKA. — *Ztschr. Lebensm. Unters. Forsch.*, **120**, 277 (1963).
5. L. FARBER. — *Food Res.*, **24**, 72 (1959).
6. J. W. RHOADES. — *J. Agr. Food Chem.*, **8**, 136 (1960).
7. D. REYMOND, F. CHAVAN et R. H. EGLI. — *Recent advances in Food Science*, Vol. 3, Butterworths 1963, p. 151.
8. D. REYMOND. — *Kaffee u. Tee Markt*, **14**, n° 16, 13 (1964).
9. M. J. E. GOLAY. — Gas chromatography 1958, ed. D. H. Desty, London, Butterworths 1958, p. 36.
10. CRS-11 Infotronics, représenté par Techmation, 113, rue Lamarck, Paris 18e.
11. E. KOVATS. — *Helv. Chim. Acta*, **41**, 1915 (1958).

DISCUSSION

M. LEBBE : La surface relative au méthyl-2-butanal étant mesurée par intégration électronique est entachée d'erreur du fait de la résolution médiocre entre le méthyl-2-butanal et le pic le précédant. De ce fait il est possible que l'apparente corrélation assez lâche entre le méthyl-2-butanal et la torréfaction ne soit due en réalité qu'à l'influence des variations de la concentration en ce constituant sortant avant le méthyl-2-butanal.

— M. REYMOND : Nous avons sur ces colonnes une efficacité qui n'est pas énorme ; vous savez que dans les colonnes chromatographiques on peut calculer l'efficacité de plusieurs manières : il s'agit d'une colonne capillaire, à notre avis nous avons une efficacité qui n'est malheureusement que de 20.000 plateaux théoriques pour cette séparation ; il faudrait évidemment pousser plus loin.

Il y a probablement environ 10 % du constituant précédent dans le pic du méthyl-2-butanal.

M. CHOVIN : Vous avez beaucoup de constituants qui sortent très tôt de la colonne et vous vous heurtez à la difficulté signalée pour la première fois, je crois, par TURNELL et qui tient au fait que le degré de résolution de deux pics est d'autant plus mauvais pour une efficacité donnée de colonnes, que l'on est plus près du pic supposé de l'air, puis-

qu'avec un détecteur à ionisation de flammes ou un détecteur à capture d'électrons on ne le voit pas, mais on peut situer ce pic, on peut le calculer, de telle sorte qu'ici je voudrais vous demander si vous avez calculé les ordres de grandeur des degrés de résolution que vous avez par exemple pour votre pic de référence 755, méthyl-2-butanal, et celui qui le précède.

— M. REYMOND : Oui, pour l'acétone furan, qui est notre meilleur pic, à peu près 60.000 plateaux théoriques et les pics qui sont là ont environ 20 à 25.000.

M. CHOVIN : C'est l'autre phénomène de la variation de l'efficacité en fonction du volume de rétention.

— M. REYMOND : Dans la théorie de Kovats nous attribuons un indice indéfini, puisque nous utilisons la notation logarithmique, au pic de l'air.

M. CHOVIN : En tous cas je pense que votre notion d'aromagramme présente un intérêt certain et qu'elle vaudrait la peine, sinon ici tout au moins au groupe de travail, d'être reprise et discutée et je crois qu'il est utile de souligner l'intérêt des corrélations, malgré certaines difficultés, que vous avez établies entre vos trois indices : indice d'oxydation, indice de densité optique, ou quotient à deux longueurs d'ondes, et chromatographie et degré de rôtissage. Il y a évidemment un parallélisme dans les variations de ces trois indices avec le pourcentage d'humidité et finalement les méthodes les plus délicates finissent par justifier ce qu'une longue expérience avait déjà dicté, c'est-à-dire de se placer dans une zone de torréfaction qui correspond aux meilleurs rendements en arôme.

M. NAVELLIER : La courbe en cloche du développement et de la diminution de l'arôme au cours des torréfactions « commerciales » présente une allure analogue à celle de la formation et de la destruction de la niacine pendant la torréfaction.

M. CHOVIN : Comment mesurez-vous les indices, car cela est toujours difficile quand on a affaire à un chromatogramme complexe. C'est la difficulté à laquelle nous nous sommes heurtés nous-mêmes. Lorsqu'on veut injecter simultanément avec le mélange des vapeurs des paraffines normales qui constituent en quelque sorte, pour la phase et la température choisies, l'échelle des indices, on a bien souvent des interférences avec les constituants et par conséquent des déformations de pics qui peuvent entraîner des déplacements de sommets d'où des erreurs sur la mesure.

M. REYMOND : Nous nous sommes heurtés au problème que signale le Pr CHOVIN et nous utilisons des mélanges standards qui sont eux-mêmes en relation avec des mélanges d'hydrocarbures. Le gaz d'éclairage est un magnifique standard.

Pour éviter des calculs, nous utilisons des papiers semi-logarithmiques pour calculer les indices de Kovats.

REYMOND (D.), PICTET (G.), EGLI (R. H.). — **Caractères analytiques de l'arôme de café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 150-160, fig., tabl., réf.

L'arôme de café est isolé sous forme de solution aqueuse diluée par entraînement à la vapeur d'eau ; les auteurs utilisent dans leur laboratoire trois méthodes d'analyses pour caractériser l'arôme qui sont :

— l'oxydation par le dichromate de potassium (méthode de Wyler-Högl),
— la spectrographie dans l'ultra-violet,
— la chromatographie en phase gazeuse (méthode de Rhoades).

Ils comparent les informations obtenues en cherchant à déterminer d'une part la quantité d'arôme d'autre part l'équilibre de l'arôme.

Quantité d'arôme : il n'a pas été trouvé de corrélation satisfaisante entre les trois méthodes ; des essais comparatifs sur des infusions de café font cependant apparaître une certaine concordance entre indice d'oxydation et maximum d'absorption dans la région de 210 millimicrons. La surface totale des chromatogrammes en phase gazeuse ne caractérise que la fraction très volatile de l'arôme.

Equilibre de l'arôme : le rapport des maxima d'absorption dans les régions de 210 et 270 millimicrons est une expression de l'équilibre entre deux groupes de constituants. D'autre part, le dépouillement de l'information détaillée du chromatogramme en phase gazeuse permet de caractériser l'équilibre de l'arôme très volatil sous la forme d'un « aromagramme ».

Quelques exemples d'analyses démontrent l'utilisation de ces trois méthodes pour caractériser le degré de torréfaction du café.

REYMOND (D.), PICTET (G.), EGLI (R. H.). — **Analytical characteristics of coffee aroma.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 150-160, fig., tabl., réf.

The coffee aroma is swept out as vapour and isolated in a dilute aqueous solution form. In their laboratory, three analytical methods are used by the authors to characterize the aroma, viz. :

— Potassium bichromate oxidation (method of Wyler-Högl),
— Ultra-violet spectrography,
— Gas-chromatography (method of Rhoades).

Information obtained is compared in view of determining on the one hand the quantity of aroma and on the other hand the equilibrium of the aroma.

Quantity of aroma : there is swept out correlation between the three methods. Comparative tests carried out on coffee brews show however a certain agreement between the oxidation index and the maximum of absorbance in the range of 210 mμ. The whole surface of gas-chromatograms characterizes only the highly volatile fraction of the aroma.

Equilibrium of the aroma : the ratio of the maxima of absorbance in the ranges of 210 mμ and 270 mμ is an expression of the equilibrium between two groups of constituents. On the other hand, the study of the detailed information given by the gas-chromatogram allows us to characterize the equilibrium of the highly volatile aroma in an « aromagram » form.

Some examples of analyses show how it is possible to use the three above mentioned methods to determine the degree of roast of coffee.

REYMOND (D.), PICTET (G.), EGLI (R. H.). — **Analytische Kennzeichnung des Kaffeearomas.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 150-160, fig., tabl., réf.

Das Kaffeearoma wird durch Wasserdampfdestillation in wässeriger Lösung isoliert ; die Autoren verwenden in ihrem Laboratorium zur Charakterisierung des Aromas drei analytische Methoden und zwar :

— die Oxydation durch Kaliumbichromat (Methode Wyler-Högl),
— die U. V. Spektrographie,
— die Gaschromatographie (Methode Rhoades).

Sie vergleichen die erzielten Resultate und versuchen einerseits die Aromamenge anderseits das Aromagleichgewicht festzustellen.

Aromamenge : es konnte keine zufriedenstellendes Verhältnis zwischen den drei Methoden gefunden werden ; vergleichende Versuche mit Kaffeeaufgüssen führten jedoch zu einer Übereinstimmung zwischen Oxydationsmerkmal und Maximalabsorption im Bereich der 210 Millimikronen. Die Gesamtfläche der Gaschromatogramme kennzeichnet nur den sehr flüchtigen Bruchteil des Aromas.

Aromagleichgewicht : das Verhältnis der Absorptionsmaxima in den Bereichen von 210 und 270 Millimikronen drückt das Gleichgewicht zwischen zwei Komponentengruppen aus. Die ausführliche Prüfung der Angaben des Gaschromatogramms ermöglicht die Bestimmung des Gleichgewichts eines sehr flüchtigen Aromas in Form eines « Aromagramms ».

Einige Analysenbeispiele veranschaulichen die Verwendung dieser drei Methoden zur Charakterisierung des Röstungsgrades des Kaffees.

REYMOND (D.), PICTET (G.), EGLI (R. H.). — **Caracteres analíticos del aroma de café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 150-160, fig., tabl., réf.

El aroma de café se aisla bajo forma de solución acuosa diluida por arrastre con vapor de agua. Para caracterizar el aroma los autores utilizan en su laboratorio los tres métodos de análisis siguientes :

— oxidación con dicromato de potasio (método de Wyler-Högl),
— espectrografía en el ultravioleta,
— cromatografía en fase gaseosa (método de Rhoades).

Los autores comparan las informaciones obtenidas tratando de determinar por una parte la cantidad de aroma y por otra el equilibrio del aroma.

Cantidad de aroma : no se ha notado correlación satisfactoria entre los tres métodos ; sin embargo unos ensayos comparativos sobre infusiones de café muestran una concordancia entre el índice de oxidación y el máximo de absorpción en la región de 210 milimicrones. El área total de los cromatogramas en fase gaseosa caracteriza solamente la fracción muy volátil del aroma.

Equilibrio del aroma : la relación entre los máximos de absorpción en las regiones de 210 y 270 milimicrones es una expresión del equilibrio entre los dos grupos de componentes. Por otra parte, el análisis de las informaciones detalladas del cromatograma en fase gaseasa permite caracterizar el equilibrio del aroma muy volátil bajo la forma de un « aromagrama ».

Algunos ejemplos de análisis ilustran el uso de los tres métodos para caracterizar el grado de tostadura del café.

REYMOND (D.), PICTET (G.), EGLI (R. H.). — **Caracteres analíticos do aroma do café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 150-160, tabl., fig., réf.

O aroma do café foi isolado sob a forma de solução aquosa diluída, por arrastamento pelo vapor de água ; os autores utilizaram no seu laboratório três métodos de análise para caracterizar o aroma :

— a oxidação pelo dicromato de potássio (método de Wyler-Högl),

— a espectrografia no ultra-violeta,

— a cromatografia em fase gasosa (método de Rhoades).

Compararam as informações obtidas procurando determinar por um lado a quantidade de aroma, e por outro o equilíbrio do aroma.

Quantidade de aroma : não se encontrou correlação satisfatória entre os três métodos ; ensaios comparativos sobre infusões de café mostraram, entretanto, existir uma certa concordância entre o índice de oxidação e a absorção máxima na zona dos 210 milimicra. A superfície total dos cromatogramas em fase gasosa somente caracteriza a fracção muito volátil do aroma.

Equilibrio do aroma : a relação dos máximos de absorção nas zonas de 210 e 270 milimicra é uma expressão do equilíbrio entre dois grupos de constituintes. Por outro lado, a pesquisa detalhada de informações sobre os cromatogramas em fase gasosa permitiu caracterizar o equilíbrio do aroma muito volátil sob a forma de um « aromagrama ».

Alguns exemplos de análises demonstram a possibilidade de utilização destes três métodos na caracterização do grau de torra do café.

IDENTIFICATION DE QUELQUES CONSTITUANTS VOLATILS DU CAFÉ TORRÉFIÉ PAR LA MÉTHODE DES INDICES DE RÉTENTION DE KOVÁTS

F. CHASSEVENT, J. LEBBE, P. CHOVIN

Institut Français du Café, du Cacao et autres plantes stimulantes

Laboratoire Municipal de la Préfecture de Police, Paris

Participant depuis sa création aux activités du groupe de travail sur les arômes de café présidé par le Professeur HEESTERMAN, nous avons porté notre attention sur les applications de la théorie de la chromatographie en phase gazeuse à la recherche qualitative des constituants de l'arôme. La méthode de travail retenue consiste à examiner l'atmosphère en équilibre au-dessus d'un échantillon de café torréfié, maintenu à la température de 50° C, à l'aide d'un chromatographe très sensible. Les chromatogrammes obtenus sont ensuite dépouillés et les indices de rétention correspondant à chacun des pics sont calculés et comparés à ceux de divers constituants possibles de l'arôme, déterminés séparément, à l'aide de spécimens authentiques, dans les mêmes conditions expérimentales. Le présent mémoire donne quelques précisions sur la détermination et les propriétés des indices de rétention de KOVÁTS (1) et fait état des premiers résultats acquis.

INDICE DE RETENTION DE KOVÁTS : DÉFINITION, PROPRIÉTÉS

On peut définir l'indice de rétention d'un soluté X comme une grandeur proportionnelle au logarithme du volume de rétention spécifique V_{gx}. De ce fait, on peut écrire :

$$I_x = a + b \log V_{gx} \qquad (1)$$

Pour expliciter les coefficients a et b, il suffit de rapporter l'indice de rétention d'un soluté quelconque à ceux des paraffines normales. KOVÁTS a posé, *a priori*,

J. LEBBE



que l'indice de rétention d'une telle paraffine est donné, **sur toute phase stationnaire et à toute température,** par le produit par 100 du nombre de ses atomes de carbone.

En appliquant cette définition à deux paraffines **paires**, l'une à Z atomes de carbone, sortant immédiatement avant le soluté X dont on veut calculer l'indice, l'autre à Z + 2 atomes de carbone, sortant après le soluté X, et en tenant compte de (1) on a,

$$I_Z = 100\ Z = a + b \log V_{gZ} \quad (2)$$
$$I_{(Z+2)} = 100\ (Z + 2) = a + b \log V_{g(Z+2)} \quad (3)$$

De ces équations, on tire a et b que l'on porte dans (1). On obtient ainsi :

$$I_x = 100\ Z + 200 \frac{\log V_{gx} - \log V_{gZ}}{\log V_{g(Z+2)} - \log V_{gZ}} \quad (4)$$

Si les trois substances X, Z et (Z + 2) sont injectées simultanément, on peut remplacer les volumes de rétention spécifiques par les distances de rétention réduites d'$_R$ (mesurées à partir du pic de l'air). Il vient ainsi :

$$I_x = 100\ Z + 200 \frac{\log d'_{Rx} - \log d'_{RZ}}{\log d'_{R(Z+2)} - \log d'_{RZ}} \quad (5)$$

Nous rappellerons, pour mémoire, les propriétés qui ont assuré le succès de la notion d'indices de rétention.

1) L'indice de rétention d'un **soluté apolaire** est pratiquement constant sur toutes les phases, qu'elles soient apolaires ou polaires.

2) L'indice de rétention d'un **soluté polaire** ne varie pratiquement pas lorsqu'on passe d'une phase apolaire à une autre phase également apolaire.

3) L'indice de rétention d'un **soluté polaire** varie avec la polarité de la phase, il est d'autant plus élevé que la phase est plus polaire.

4) L'indice de rétention d'un **soluté quelconque** varie relativement peu avec la température sur des phases apolaires ou modérément polaires. La variation moyenne est tout au plus égale à 3 ou 4 points d'indice par 10° C.

5) La propriété énoncée ci-dessus permet d'exprimer tous les indices à une température de référence. L'auteur a choisi la température de 130° C.

6) A cette température la différence ΔI^{130} entre l'indice de rétention I_P^{130} d'un soluté sur une phase polaire de référence (Emulphor 0) et son indice I_A^{130} sur une phase apolaire de référence (Apiézon L) est une grandeur qui dépend de la structure du composé étudié. Les travaux de KOVÁTS permettent de calculer *a priori* ΔI^{130} d'un composé si l'on connaît sa structure.

7) Il convient également de ne pas mésestimer l'intérêt des relations qui, selon WEHRLI (2), existent entre l'indice de rétention d'un soluté sur phase **apolaire** et sa température d'ébullition, θ_{Eb} exprimée en degrés centigrades :

a) pour les solutés apolaires ou peu polaires (hydrocarbures aliphatiques, cycliques et aromatiques, saturés et insaturés, éthers-oxydes, dérivés chlorés et bromés) :

$$I_A^{130} = 392 + 3{,}119\ \theta_{Eb} + 3{,}885\ 10^{-3} \theta^{\ 2}_{Eb} \quad (6)$$

b) pour les solutés moyennement polaires (esters, aldéhydes et cétones aliphatiques, cycliques et aromatiques) :

$$I_A^{130} = 252 + 3{,}725\ \theta_{Eb} + 2{,}136 \cdot 10^{-3}\ \theta^2_{Eb} \quad (7)$$

c) pour les solutés fortement polaires ou susceptibles de former des liaisons hydrogènes (nitrites, dérivés nitrés, alcools aliphatiques, cycliques ou aromatiques) :

$$I_A^{130} = -120 + 6{,}998\ \theta_{Eb} - 5{,}787 \cdot 10^{-3}\ \theta^2_{Eb} \quad (8)$$

Ces relations peuvent être utilisées dans les deux sens et permettent soit de déterminer, avec une approximation assez bonne, le point d'ébullition d'un soluté inconnu dont on a pu mesurer l'indice, soit de prévoir, sur une phase apolaire quelconque, l'indice de rétention d'un soluté dont on connaît le point d'ébullition.

DONNÉES EXPÉRIMENTALES

L'échantillon de café torréfié, finement moulu, est immédiatement placé dans un Erlenmeyer fermé par un bouchon en caoutchouc. Celui-ci est percé d'un trou obturé par une membrane en matière plastique que l'on peut aisément transpercer à l'aide d'une aiguille de seringue hypodermique.

L'Erlenmeyer est ensuite disposé dans un thermostat de précision et maintenu pendant trente minutes à la température de 50° C. A l'aide d'une seringue à gaz Hamilton à piston en téflon, un échantillon de 5 ou 10 centimètres cube de l'atmosphère en équilibre avec le café est prélevé au travers de la membrane en matière plastique et est injecté directement dans le chromatographe.

Cependant, en opérant de cette manière, on remarque que l'efficacité des colonnes employées diminue considérablement. Cela tient à ce que le temps d'injection réel de l'échantillon dans la colonne, vu son volume, est grand par rapport au temps pendant lequel on observe l'élution d'un constituant.

C'est la raison pour laquelle nous préférons opérer de la manière suivante :

On utilise une aiguille à parois minces, de diamètre intérieur assez grand, 0,5 mm environ, que l'on pique dans de la neige carbonique. A l'aide d'une seringue ordinaire, munie d'une autre aiguille, on prélève 20 ml de l'atmosphère de l'Erlenmeyer contenant le café dont on veut étudier l'arôme. On ajuste alors la seringue sur l'embout de la première aiguille, toujours plongée dans la neige carbonique, et on chasse doucement l'atmosphère de la seringue à travers l'aiguille. Les constituants volatils s'y condensent. Puis on retire la seringue, on laisse l'aiguille dans la neige carbonique et on y ajuste une seringue à gaz de 2 ml. On prélève enfin 1 ml de gaz carbonique à travers l'aiguille et c'est l'échantillon ainsi concentré que l'on injecte dans la colonne du chromatographe. Une autre manière de procéder consiste à placer 2 g de café moulu dans la seringue de 20 ml, à ajuster celle-ci sur l'aiguille plongée dans la neige carbonique comme précédemment et à chasser à travers le café l'atmosphère de la seringue dont les constituants volatils se condensent dans l'aiguille. Les résultats ainsi obtenus sont assez reproductibles.

Pour toute cette étude, on a utilisé un chromatographe MICROTEK 2.500 R, équipé d'un détecteur à flamme. Les conditions opératoires étaient les suivantes :

température de la colonne : 50° C,
température du détecteur : 166° C,
température de la chambre d'injection : 113° C.

L'enregistreur était un appareil SEFRAM Graphispot de 2,5 mV d'étendue de mesure.

Le gaz vecteur était de l'azote R dont le débit était réglé de manière que l'efficacité des colonnes utilisées soit maximale.

Trois colonnes différentes, de polarité croissante, ont été employées, utilisant toutes le chromosorb W (granulométrie 45-60 mesh) comme support :

— une colonne non polaire d'Apiezon L de 4 m de longueur (taux d'imprégnation : 20 p. 100 en poids),

— une colonne moyennement polaire de polyéthylèneglycol 1500 de 4 m de longueur (taux d'imprégnation : 20 p. 100 en poids),

— une colonne très polaire de bis (cyanoéthyl) formamide, de 2 m de longueur (taux d'imprégnation : 30 p. 100 en poids).

Enfin, de manière à faciliter l'identification des divers constituants séparés, on a procédé à des essais sur une colonne à polarité variable. Dans le montage employé, un système de commutation permet de faire varier la polarité d'une colonne suivant seize étapes successives de polarité, de la plus faible (Apiezon L), à la plus forte [tétrakis (β-cyanoéthoxyméthyl) méthane]. Cette méthode facilite grandement l'identification de divers solutés. En effet, comme l'un de nous l'a montré (**3**), elle permet, dans le cas d'un échantillon complexe, par variation progressive de la polarité, de repérer les pics de solutés polaires se déplaçant parmi ceux des substances apolaires.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

On trouvera, dans le tableau I, les indices de rétention des pics mis en évidence à l'aide des trois colonnes employées. On a fait figurer dans la partie relative au polyéthylène glycol 1500, les indices de rétention des principaux produits identifiés dans les arômes de cafés et cités par LOCKHART (**4**), ZLATKIS et SIVETZ (**5**) et par MERRITT, BAZINET, SULLIVAN et ROBERTSON (**6**).

L'examen du tableau I montre que seuls l'isobutyraldéhyde et l'acétone ont été identifiés avec certitude ; encore faut-il noter qu'une concordance d'indice constatée sur une seule colonne (PEG 1500) est généralement insuffisante pour garantir formellement l'identification d'un produit.

Les indices de l'éthanol, du formiate d'éthyle et du propanol s'éloignent respectivement de neuf points, de cinq points et de quatre points d'indices de ceux des pics les plus voisins. Or nous avons montré au cours des « Journées de séparation immédiate et de chromatographie » de 1961 (**7**) que, pour obtenir une résolution totale de deux solutés ayant une différence d'indice de rétention égale à 9 points d'indice, il est nécessaire de disposer d'une colonne ayant une efficacité d'au moins 7.000 plateaux théoriques alors que si l'on se contente d'une résolution pratique, une colonne de 3.000 plateaux est suffisante. Dans le cas d'une différence de 5 points d'indice, il faudrait employer, pour une résolution totale, une colon-

TABLEAU I

Indices de rétention des divers pics mis en évidence à l'aide des trois colonnes employées

Nature de la phase stationnaire	Indices de rétention des pics obtenus	Indice de rétention de produits pouvant exister dans les arômes de café
Apiezon L	479 508 533 584 634	
Polyéthylèneglycol 1500	610	
	667	(*)
	705	
		714 (1)
	737	
		771 (2)
	776	
	791	
		795 (3)
	820	820 (4)
		832 (5)
	851	
	894	
		895 (6)
	919	
	937	
	943	
Bis-cyanoéthyl formamide	999 1044 1065 1087 1109 1157	

(*) Produits pouvant exister dans les arômes de café (d'après LOCKHART et Coll. et d'après MERRITT et Coll.) : 1) Ethanol. 2) Formiate de méthyle. 3) Propanol. 4) Isobutyraldéhyde. 5) Formiate d'éthyle. 6) Acétone.

ne ayant une efficacité située entre 30.000 et 50.000 plateaux théoriques ; pour une résolution pratique, 15.000 plateaux théoriques sont encore nécessaires. La colonne de polyéthylèneglycol 1500 (de 4 m de long) dont l'efficacité est de 4.000 plateaux théoriques environ permet donc tout juste de lever l'indétermination relative à l'éthanol et en conséquence de penser que dans les échantillons examinés et avec la sensibilité de l'appareillage employé l'éthanol était absent.

Il s'ensuit que, pour pouvoir aller plus avant dans la connaissance des arômes de café, il est nécessaire de s'orienter vers les colonnes à très haute efficacité. Il est pratiquement impossible de continuer à employer les colonnes traditionnelles, car leur efficacité dans les meilleures conditions ne dépasse que très rarement 10.000 plateaux théoriques. Le problème de l'utilisation des colonnes capillaires se posera donc rapidement, ce qui nécessitera l'emploi d'échantillons concentrés spécialement. Il est à espérer que le procédé de condensation en aiguille que nous avons décrit conviendra pour ce type de colonnes, ceci permettra aux utilisateurs de bénéficier de toutes les possibilités qu'elles offrent.

CONCLUSION

L'utilisation des indices de rétention de KOVÁTS non seulement facilite la caractérisation précise des constituants des arômes volatils, mais permet également de définir les performances des colonnes à employer pour que deux constituants voisins soient séparés avec un degré suffisant de résolution. La nécessité absolue d'utiliser des colonnes à grande efficacité implique l'emploi de colonnes capillaires et parallèlement de procédés convenables de concentration des échantillons.

BIBLIOGRAPHIE

1. KOVÁTS (L. T.). — *Helv. Chim. Acta*, 1958, vol. 41, 1915 ; 1959, vol. 42, 2709.
   — *Z. Anal. Chem.* 1961, 351.
2. WEHRLI. — Promotionsarbeit, Eidg. Techn. Hochschule, Zurich, Juris Verlag (Zurich), 1961.
3. CHOVIN (P.). — *Bull. Soc. Chim. France*, 1964, p. 104, p. 726 ; 1965, p. 2124.
4. LOCKHART (E.). — Publ. Coffee Brewing Institute nº 25, sept. 1957.
5. ZLATKIS (A.), SIVETZ (M.). — *Food Research*, 1960, vol. 25, p. 395.
6. MERRITT (C.), BAZINET (M. L.), SULLIVAN (J. R.), ROBERTSON (D. H.). — *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 1963, vol. 11, p. 152.
7. CHOVIN (P.), LEBBE (J.). — *in* « Séparation immédiate et chromatographie », p. 90, G. A. M. S. (Paris), 1962.



P. CHOVIN

DISCUSSION

M. REYMOND : Je voudrais poser la question suivante : comment repérez-vous les pics lorsque vous changez la polarité des colonnes ? Dans le dessin que vous venez de tracer, faites-vous deux chromatogrammes l'un derrière l'autre ou ensemble ?

— M. CHOVIN : Il faut en réalité faire toute une série de chromatogrammes les uns après les autres. Dans son dessin, M. LEBBE n'a représenté que le premier et le dernier ; il pourrait y avoir toute une série d'intermédiaires. Par exemple, on voit déjà ici commencer à se séparer dans le troisième pic les deux constituants polaire et apolaire de ce pic. Ce sont ces déplacements successifs que l'on peut suivre d'une colonne de polarité donnée à la colonne suivante ayant une polarité légèrement plus accentuée, qui permettent de repérer les pics apolaires, qui vont se tasser au début du chromatogramme, et les pics de solutés polaires qui, au contraire, vont avoir tendance à migrer vers la fin du chromatogramme.

M. REYMOND : Lorsque vous avez un chromatogramme avec 24 ou 28 constituants par exemple, ne risquez-vous pas d'avoir une course de chevaux, comment numérotez-vous le cheval, si vous permettez la comparaison ?

— M. CHOVIN : Nous n'avons pas encore l'expérience de chromatogrammes aussi complexes, avec 28 pics pour reprendre le chiffre que vous venez de citer, mais il est certain, en se remémorant les chromatogrammes que M. LEBBE vient de projeter, que deux constituants ne sont pas présents dans la même proportion dans le mélange initial, de telle sorte que si on fait varier la polarité de la colonne, on peut repérer la séparation des constituants en suivant chaque constituant par rapport à son voisin, en raison de la hauteur relative des pics. Dans le cas le plus général, avec le montage que j'ai préconisé, qui va d'ailleurs paraître bientôt dans le bulletin de la Société Chimique de France, on a à sa disposition 16 polarités différentes, depuis la polarité que l'on peut appeler 0, de l'Apiezon L, jusqu'à la polarité la plus grande de la phase obtenue par cyanoéthylation du pentaérythrytol, qui constitue notre phase la plus polaire. Ce n'est donc pas un carrousel invraisemblable que l'on va observer, mais au contraire des séparations très progressives et en réalité si on place les chromatogrammes les uns en dessous des autres, comme l'a dessiné M. LEBBE, on peut tracer des courbes tendues qui matérialisent le déplacement des pics dans toute la série des chromatogrammes.

Je pense que cette communication a surtout pour objet d'attirer l'attention sur l'intérêt des indices de rétention d'une manière très générale, et en particulier dans le problème des constituants du café. Je crois qu'une des résolutions que le groupe de travail devrait pouvoir prendre, serait 1°, comme l'a suggéré M. WEURMAN, de faire des études sur plusieurs phases stationnaires de polarités distinctes et, 2°, pour chacune de ces phases, de publier à une température de référence, qui pourrait être une température de 50 °C ou toute autre, les indices de rétention des composés identifiés, chaque fois qu'on viendrait d'en identifier un avec sécurité et que, par exemple, cette identification aurait été contrôlée par la synthèse univoque dudit constituant.

M. NAVELLIER : Je voudrais attirer l'attention de nos collègues sur un aspect particulier de ce travail et sur son extension possible. Dans la première partie des études qui sont entreprises, il s'agit évidemment de faire un inventaire des substances aromatiques du café et de voir comment ces substances peuvent être en corrélation avec la nature des cafés ou les traitements technologiques qu'ils ont subis. On peut penser que, plus tard, nous pourrons également identifier ces produits dans les dérivés du café, notamment dans le café soluble. Un autre aspect nous préoccupe : la qualité, ce qui nous oblige à envisager les défauts. Quand un café n'est pas bon, nous ne savons pas toujours distinguer, par la seule dégustation, si c'est parce qu'il manque d'un produit qui en fait ou en exalte la qualité, ou si c'est parce qu'il contient un produit défectueux, de mauvais arôme, qui le gâche. Je pense actuellement à ce qu'on appelle la fève « puante » en technologie. Des techniques comme la chromatographie en phase gazeuse devraient permettre non seulement d'aboutir à une classification des valeurs (peut-être dans très longtemps), mais de détecter par des voies objectives des défectuosités que, jusqu'à présent, nous ne pouvions détecter que par des moyens purement subjectifs.

M. LEVIN HANSEN : I quite agree with M. NAVELLIER on this aspect of the work and I think that it is possible to use some of your results to clarify if isobutanol is among the constituents formed. I think that it has been shown that it is derived from the aminoacid methionine, and with this information in hand, we of course know what to do if we want this particular constituent or if we don't want it.

M. REYMOND : L'isobutanol peut provenir également de la dégradation de Strecker de la valine ; on trouve également dans l'arôme de café l'isobutanol et le méthyl-2-butanal qui proviennent probablement de la dégradation de la leucine et de l'isoleucine.

M. LEVENSON : There are different points of view as to what « quality » is. It is not necessarily a narrowly defined characteristic.

M. NAVELLIER : M. LE MAGNEN nous a ce matin indiqué les voies vers lesquelles pourrait s'orienter une étude rationnelle des caractères organoleptiques. Il est bien évident que les jurys de dégustateurs devront avoir une certaine homogénéité dans leur formation, et ce ne seront peut-être pas les mêmes dégustateurs qui pourront juger un café en fonction des préférences américaines ou des préférences françaises ou italiennes. Ce ne sont que des hiérarchies dans des qualités, des variantes que nous cherchons, et si je crois que la chromatographie pourra donner une corrélation entre une appréciation organoleptique des qualités, elle pourra peut-être aussi donner une confirmation objective de certaines défectuosités.

M. LEVENSON : There is no desagreement in our views on that subject. But if as a group here, we are talking as scientists, we should too early try to set up standards for quality, we might very quickly face great difficulties. We should concern ourselves with what I had chosen to call gross defects and flavour.

M. NAVELLIER : Je suis complètement d'accord sur ce point avec M. LEVENSON.

M. ILLY : Le but est de trouver une façon de rendre plus objectifs les jugements de valeur des experts et qui se traduisent sur le marché par des différences de prix. Il faudrait faire coïncider ces jugements avec ceux donnés par les appareils.

CHASSEVENT (F.), LEBBE (J.), CHOVIN (P.). — **Identification de quelques constituants volatils du café torréfié par la méthode des indices de rétention de Kováts.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 161-167, tabl., réf.

Les chromatogrammes des constituants de l'arôme de cafés, de diverses origines et de degrés de torréfaction différents, obtenus par injection des « espaces de tête » ont été examinés.

L'étude a été effectuée sur trois colonnes de polarités croissantes, Apiezon L, polyéthylèneglycol 1 500, bis-cyanoéthylformamide, à la température de 50 °C avec un détecteur à ionisation de flamme. Dans chaque cas, on a calculé d'après Kováts les indices de rétention des constituants séparés et, en vue de leur identification, on les a comparés aux indices de rétention obtenus pour les vapeurs de composés témoins purs.

CHASSEVENT (F.), LEBBE (J.), CHOVIN (P.). — **Identification of some volatile constituents of roasted coffee, by Kováts' retention indices method.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 161-167, tabl., ref.

Chromatograms of the aroma components of coffees, from different sources and of different degrees of roast, obtained by head-spaces injection were studied.

The investigation was carried out on three types of columns of increasing polarities, Apiezon L, polyethyleneglycol 1 500 bis-cyanoethylformamide, at the temperature of 50 °C with a flame ionisation detector. In each case, the retention indices of the separated components were calculated by the Kováts' method and for identification purposes were compared with those of pure standards.

CHASSEVENT (F.), LEBBE (J.), CHOVIN (P.). — **Charakterisierung einiger flüchtigen Komponenten des Röstkaffees durch die Methode der Retentionskennzahlen nach Kováts.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 161-167, Tabl., ref.

Die Chromatogramme der Komponenten des Aromas des Kaffees verschiedener Herkunft und verschiedener Röstungsgrade, die durch Eingabe der « head spaces » erhalten wurden, werden untersucht.

Die Untersuchung fand auf drei Kolonnen zunehmender Polarität Apiezon L, Polyäthylenglykol 1 500, bis-Cyanäthylformamid bei 50 °C mit einem Flammenionisationsdetektor statt. In jedem Falle wurden die Retentionskennzahlen der getrennten Komponenten nach Kováts berechnet und zwecks ihrer Identifizierung mit denen der Dämpfe von reinen Kontrollkomponenten verglichen.

CHASSEVENT (F.), LEBBE (J.), CHOVIN (P.). — **Identificación de algunos componentes volátiles del café tostado con el método de los índices de retención de Kováts.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 161-167, Tabl., ref.

Examináronse los cromatogramas de los componentes del aroma de varios cafés (orígenes y grados de tostadura diferentes) obtenidos mediante inyección de los « head spaces ».

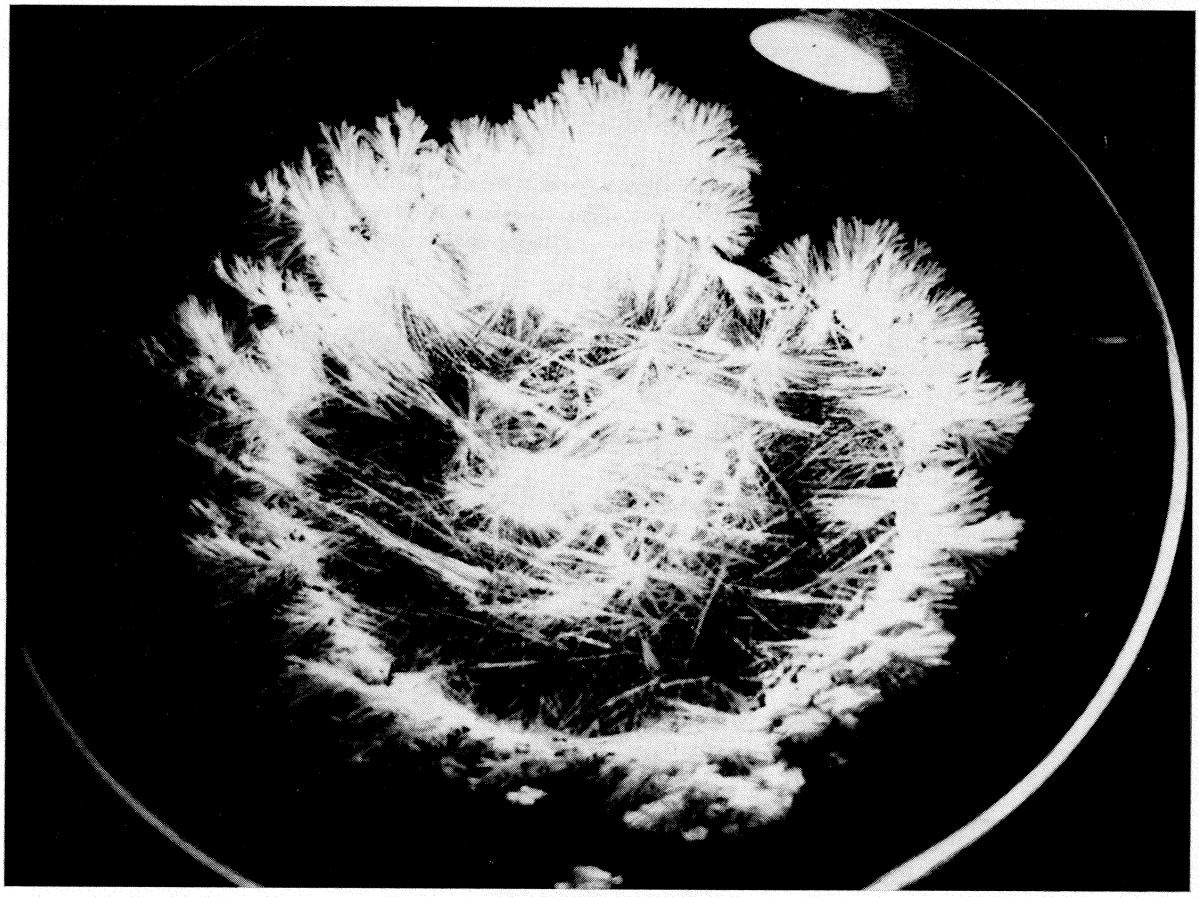
El estudio se efectuó sobre tres columnas de polaridades crecientes, Apiezon L, polietilenoglicol 1 500, bis-cianoetilformamida, a la temperatura de 50 °C con un detector de ionización de llama. En cada caso se calcularon, según el método de Kováts, los índices de retención de los componentes separados y, para identificarlos, se compararon con los índices de retención obtenidos para los vapores de compuestos testigos puros.

CHASSEVENT (F.), LEBBE (J.), CHOVIN (P.). — **Identificação de alguns constituintes voláteis do café torrado, pelo método dos índices de retenção de Kováts.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 161-167, Tabl., ref.

Foram examinados os cromatogramas dos constituintes do aroma de cafés, de diversas origens e de graus de torra diferentes, obtidos por injecção dos « head spaces ».

O estudo foi efectuado sobre três colunas de polaridades crescentes, Apiezon L, politienoglicol 1 500, bis-cianoetilformamida, à temperatura de 50 °C com um detector de ionização de chama. Calcularam-se os índices de retenção, segundo Kováts, de cada constituinte e, tendo em vista a sua identificação, compararam-se aos índices de retenção obtidos pelos vapores de compostos testemunhas puros.





Cristaux de caféine



M. A. GIANTURCO

CONSIDERATIONS ON THE STUDY OF THE AROMATIC CONSTITUENTS OF ROASTED COFFEE

M. A. GIANTURCO and A. S. GIAMMARINO
Fundamental Research Department of the Coca-Cola Co., U.S.A.*

The study of the substances which are responsible for the aroma of coffee — and, in part, for its taste — began a long time ago, and still continues, as indicated by a **partial list of pertinent references,** which covers a span of eighty-three years (1-18). Very probably, the expenditure of so much time and effort on this problem was originally motivated, especially in war-time Europe, by the hope that a satisfactory coffee substitute could be produced from cheap grains. More recently, and particularly since soluble coffee products became commercially available, the main motivation for the work may have stemmed from the more realistic hope that a sufficiently detailed knowledge of the chemistry of coffee might lead to improved manufacturing procedures.

The investigation of REICHSTEIN and STAUDINGER (2,3) on the nature of the aroma of coffee is certainly outstanding among all those that were carried out prior to the advent of vapor-liquid chromatography and of the physical methods of structural elucidation. These authors obtained their aroma complex by distilling the volatile matter, at a pressure of 2-5 mm, from ground and roasted coffee heated to 100-110 ° and slightly prewetted to assist in the removal of the volatiles. These were then collected in a train of cold traps kept at temperatures ranging from — 20 to — 180 °. Even though REICHSTEIN and STAUDINGER could only avail themselves of distillation and of fractional crystallization of derivatives as a means of separating the components of the complex mixture — their work was done in the 1920's — their investigation was certainly a masterful one, and remains a classic in the flavor field. It is only unfortunate that the importance of this study is somewhat diminished by the fact that the authors appear to have never described it in a scientific journal, choosing instead to report their results in the vague language of the patent literature.

Another investigation worthy of note is that of PRESCOTT and collaborators (4, 5), who relied upon solvent extraction of coffee brews and of roasted coffee to isolate their aroma complex. Even though this isolation procedure presents a number of pitfalls, these authors were able to identify a few compounds not previously reported as present in coffee. It should be mentioned, however, that the primary value of the work of PRESCOTT's group lies not in these identifications, but rather in that it represents a pioneering effort to understand the nature of the chemical and physical changes that occur during the staling of roasted coffee and coffee brews, a phenomenon of considerable commercial importance.

After the investigations of REICHSTEIN and STAUDINGER and of PRESCOTT and collaborators, interest in the study of the aroma of coffee seems to have lain dormant for a number of years, except for a few studies of limited scope. This is certainly not surprising, in view of the prior failure of such eminent chemists to reach what was then thought to be a practical solution to the problem. Clearly, further progress had to await the development of more refined techniques of separation of complex volatile mixtures and of structural elucidation on microsamples.

The first publication describing the application of vapor-

* Work done in the laboratories of the Tenco Division, Linden, New-Jersey.

liquid chromatography to the analysis of coffee aroma is probably that of RHOADES (7), who obtained his aroma complex by sweeping the volatile matter out of ground coffee (or brews) with a stream of helium. This was followed, in rapid succession, by the publications of ZLATKIS and SIVETZ (9) and of MERRITT and collaborators (10), who brought to bear the power of mass spectrometry as a tool for structural elucidation. Finally, more recent papers by MERRITT and collaborators described the use of programmed cryogenic temperature vapor-liquid chromatography, the fractional introduction of coffee volatiles directly into the mass spectrometer and the use of low-voltage electron bombardment to obtain simplified fragmentation patterns of the various fractions (12, 13).

The results of these more recent investigations are summarized in Fig. 1, together with those of the studies of REICHSTEIN and STAUDINGER, PRESCOTT and collaborators and JOHNSON and FREY (6). It should be noted that the number of compounds isolated by REICHSTEIN and STAUDINGER may have been much larger than that reported in Fig. 1 ; however, it was felt that in this compilation one could not give weight to expressions such as : « oxysulfides and mercaptals of carbonyl compounds with the above-mentioned mercaptans... » or « ...further phenols and phenol ethers of higher valency... » or « ...higher pyrroles and derivatives of furan... ». Such expressions, and similar ones of which REICHSTEIN's patents abound, are, in fact, too vague in nature to be of much help when one tries to reproduce his work.

It should also be noted that the advent of VPC, and especially of the ultrasensitive ionization detectors, has induced still other groups to enter the field. It appears, however, that the principal aim of some of these investigators — rather than that of bringing a new attack to the problem of identifying all the compounds responsible for the aroma of coffee — has been that of demonstrating the potentialities of the new tools or, in some cases, of acquiring some information with regard to the holding qualities of roasted coffee (sometimes — one must say — on the basis of too limited data). It should further be noted that, rather surprisingly, essentially all the published investigations carried out after those of REICHSTEIN and STAUDINGER and of PRESCOTT seem to have been focused on the very volatile constituents of the aroma complex, as if the flavor of coffee — and its changes — were totally unaffected by substances boiling, say, above 120 °. Of this, we have no guarantee ; and some recent developments in the flavor field, such as the discovery of nootkatone as a compound of great importance to the total flavor of grapefruit, should certainly serve as a warning (19, 20).

That limiting onseself to the analysis of the low boiling constituents may represent an arbitrary choice and that, consequently, this approach may have too narrow a base is illustrated by the work of the early investigators and is confirmed by the chromatogram of Fig. 2, which represents the aroma complex of coffee as obtained in our laboratory (18). Under these chromatographic conditions, almost all the compounds reported as definitely identified by RHOADES, ZLATKIS and SIVETZ or by MERRITT and collaborators are already eluted at the point indicated by a vertical line. It should be noted that the aroma complex is actually a much more complicated mixture than it appears by observation of Fig. 2 ; in fact, many of the peaks of this chromatogram are not due to a single component ; on the contrary, a fairly large number of the peaks is to be attributed to multicomponent mixtures. Complete separation, thus, requires chromatography of each of the mixed peaks of the primary run under a completely different set of conditions, and such complexity is certainly one of the factors that render a thorough investigation of the aroma of coffee a somewhat difficult one.

In our laboratory, we have been studying the aromatic

RESULTS OF PRINCIPAL INVESTIGATIONS ON THE AROMA OF COFFEE

COMPOUNDS	CLASSICAL METHODS: REICHSTEIN & STAUDINGER	CLASSICAL METHODS: PRESCOTT & COLLAB.	CLASSICAL METHODS: JOHNSON & FREY	INSTRUMENTAL METHODS: RHOADES	INSTRUMENTAL METHODS: ZLATKIS & SIVETZ	INSTRUMENTAL METHODS: MERRITT & COLLAB.*
HYDROGEN SULFIDE	X		X	X		
METHYL MERCAPTAN	X			X	X	
ACETALDEHYDE	X		X	X	X	X
METHYL FORMATE				X	X	X
FURAN			X	X	X	X
ISOPRENE				X		
DIMETHYL SULFIDE	X			X	X	X
PENTADIENE					X	
CARBON DISULFIDE					X	X
PROPANAL					X	X
ACROLEIN						X
ACETONE	X			X	X	X
METHYL ACETATE					X	X
ETHYL FORMATE					X	
iso-BUTANAL				X	X	
2-METHYLFURAN				X	X	X
METHANOL	X			X	X	X
METHYL ETHYL SULFIDE						X
BUTANAL				X	X	
ACRYLONITRILE						X
ETHANOL				X	X	X
METHYL ETHYL KETONE				X	X	X
METHYL VINYL KETONE						X
THIOPHENE					X	
DIACETYL	X	X	X	X	X	X
2-METHYLBUTANAL	X				X	
3-METHYLBUTANAL				X	X	X
2,5-DIMETHYLFURAN						X
FORMIC ACID		X			X	
DIETHYL KETONE		X				
ACETYLPROPIONYL	X			X		
VALERALDEHYDE					X	
2-METHYL-3-ETHYLACROLEIN						X
N-METHYLPYRROLE	X					T
2-PROPYLFURAN						T
PYRIDINE	X		X			
PYRAZINE	X					
DIMETHYL DISULFIDE						X
3-BUTENE NITRILE						X
ACETIC ACID	X	X				
PYRROLE						X
METHYL ETHYL DISULFIDE						T
2-BUTYLFURAN						T
ACETYLACETONE						X
ACETOL	X					
ACETOIN			X			
2,5-DIMETHYLPYRAZINE	X					
2,6-DIMETHYLPYRAZINE	X					
FURFURYL MERCAPTAN	X					
FURFURAL	X	X	X		X	
FURFURYL FORMATE	X					
FURFURYL ALCOHOL	X	X	X			
FURFURYL ACETATE	X					
SYLVESTRENE		X				
iso-VALERIC ACID	X					
PHENOL	X					
5-METHYLFURFURAL	X					
2-ACETYLFURAN	X					
GUAIACOL	X	X				
NAPHTALENE	X					
4-VINYLGUAIACOL	X	X				
N-FURFURYL-2-PYRROLE	X					
CATECHOL	X					
EUGENOL		X				
MALTOL	X					
2,3-DIHYDROXYACETOPHENONE	X					
ACETOVANILLONE		X				
n-HEPTACOSANE		X				
PALMITIC ACID	X					

*Compounds marked with a "T" were reported by the original authors as tentatively identified.

Fig. 1. — *Results of principal investigations on the volatile constituents of coffee (up to 1963)*

constituents of coffee for a number of years. This work was done for two principal reasons : (a) coffee is an important product of our company and we felt that we should know as much as possible about our raw material, namely the coffee bean, and (b) it was felt that the knowledge acquired through a basic investigation of the chemistry of coffee would be of considerable help in studying new processes of manufacture of soluble coffee and, in particular, on obtaining information leading to improved procedures in the various unit operations, from roasting to grinding, to extraction, to drying, etc. **What follows is a report of some of the work which has permitted us to extend a little bit our knowledge of the aromatic constituents of coffee.**

I will not go into great detail with regard to the **techniques** employed, since people involved in flavor work are certainly familiar with the potentiality of VPC, as a separating technique, and of the various spectroscopic probes that are used for the identification of very minute amounts of organic compounds. As for these techniques, it will suffice to say that the methods employed in our laboratory do not greatly differ from those used in other flavor laboratories ; that is, we rely mostly upon VPC as a separating technique and upon IR, UV — when applicable — and mass spectrometry for the identification of the compounds separated. NMR has not been, until recently, a usable tool because of its relatively large sample requirements, but the novel development of systems permitting to optimize the signal/noise ratio will make NMR much more useful in flavor studies from this point on.

As for some advanced techniques — such as the hook-up of the outlet of the gas chromatograph to a fast scanning mass spectrometer — I can only say that these have been pioneered in Dr MERRITT's laboratory in Natick and I am sure that he will eventually illustrate them much more competently than I could hope of doing. The same applies to the very effective cryogenic programmed VPC, an application also pioneered by Dr MERRITT. These techniques are currently under study in our laboratory, where we also hope to be able to make use of high-resolution mass spectrometry for the identification of both volatile and not-quite-so-volatile components of some flavors.

Having so disposed of the techniques, I like to discuss at some length what we have chosen as starting material for our identification work — what we call the **aroma complex of coffee.**

First of all, we all know that the aroma of coffee is developed during roasting, which can actually be considered as a low-temperature pyrolysis of trigonelline, chlorogenic acid and derivatives, and of the various carbohydrates, proteins, glycerides, etc., of the green coffee bean. VPC gives us a tool which permits following the development of these volatiles. The top half of Fig. 3 (p. 172) represents a chromatogram obtained by injecting into a gas chromatograph equipped with a flame detector, which is essentially insensitive to water, a steam distillate obtained from ground green coffee. Only very small amounts of volatiles are present at this stage.

The bottom half of the figure represents a steam distillate of a sample of coffee removed from the roaster after two minutes of roasting (the optimum roasting time, for this particular coffee, in this particular test-roaster, is 11 minutes). Actually, no volatiles have been generated as yet, and — if anything — the few volatiles present in the green bean have been swept away. Figure 4 represents again the 2-minute roast (top) and a 6-minute roast (bottom). Figure 5 corresponds to the 6-minute roast (top) and to an 8-minute roast (bottom). Figure 6 represents the 8-minute roast and an 11-minute roast and Figure 7 the 11-minute roast and an over-roast (15 minutes). A careful study of this kind, coupled with the appropriate organoleptic evaluation, could perhaps lead to new knowledge with regard to the nature of compounds which are essential for the development of good coffee flavor.

Now, do the chromatograms of various coffees — each roasted to its optimum roast — differ sufficiently to allow some correlation between VPC profiles and quality ? I will not be able to discuss this in detail, but the chromatograms of Figs. 8 and 9 can give some idea of the potentiality of VPC in this field.

The chromatograms shown — with the exception of that of Fig. 2 — were all obtained from samples of steam distillates. While this is all right when one is trying to obtain some correlation between VPC profiles and roasting conditions or between VPC profiles and quality of pure coffees or blends, we do not consider this method of obtaining the samples as particularly suitable for identification work. To obtain sufficient material for analysis by this method, one would have to steam

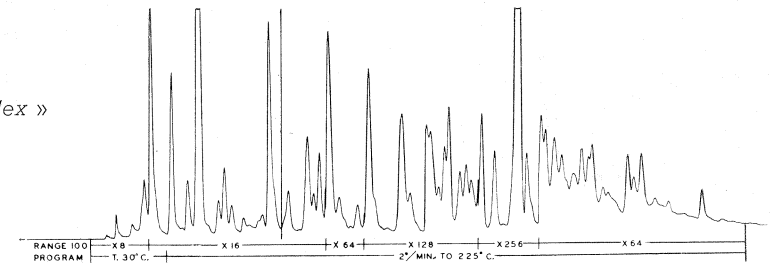


Fig. 2. — *Chromatogram of « aroma complex » of coffee (see ref. 18)*

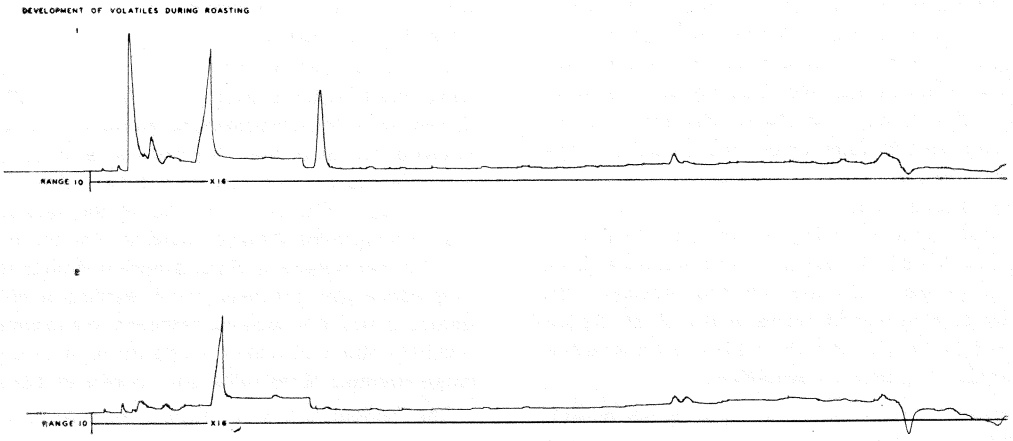


Fig. 3. — *Development of volatiles during roasting. Green (top) and 2 min. roast (bottom)*

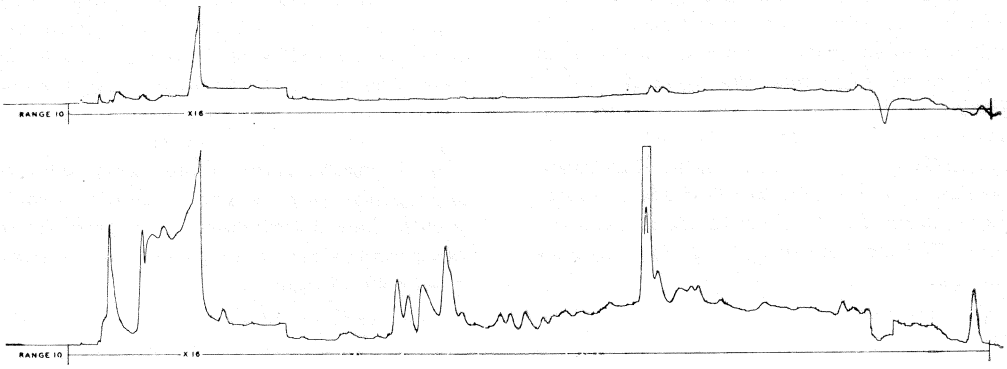


Fig. 4. — *Development of volatiles during roasting. 2 min. roast (top) and 6 min. roast (bottom)*

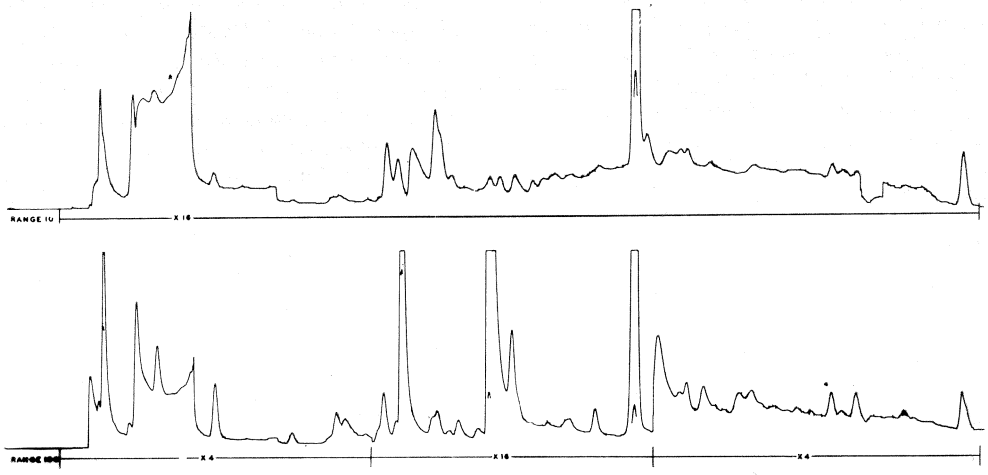


Fig. 5. — *Development of volatiles during roasting. 6 min. roast (top) and 8 min. roast (bottom)*

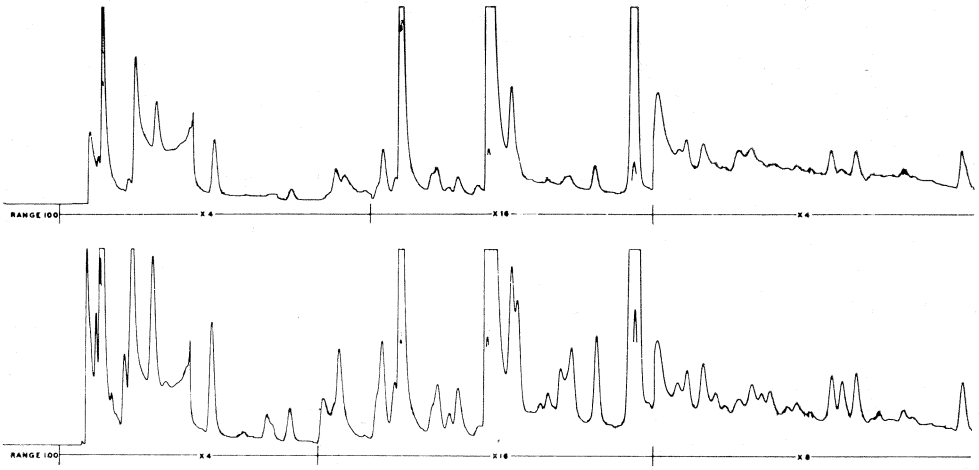


Fig. 6. — *Development of volatiles during roasting. 8 min. roast (top) and 11 min. roast (full roast, bottom)*

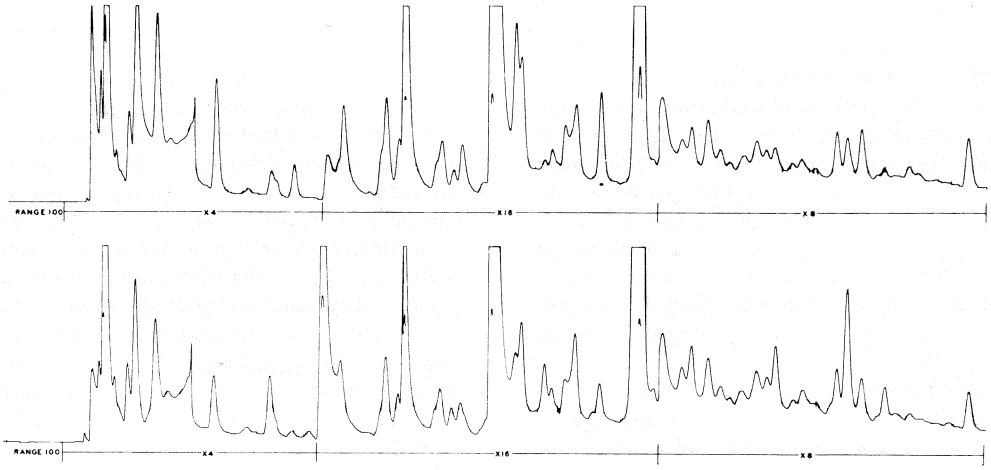


Fig. 7. — *Development of volatiles during roasting. 11 min. roast (top) and 15 min. roast (over-roast, bottom)*

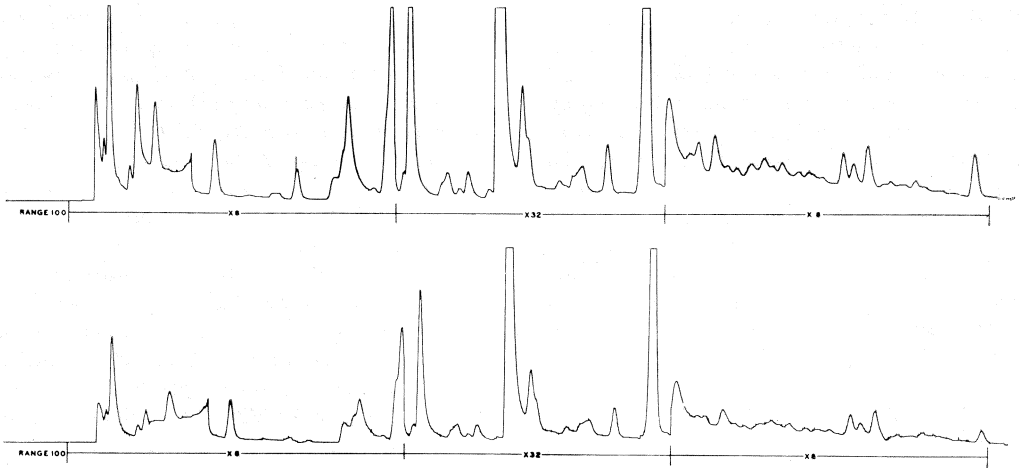


Fig. 8. — *Aroma complexes from two different coffees*

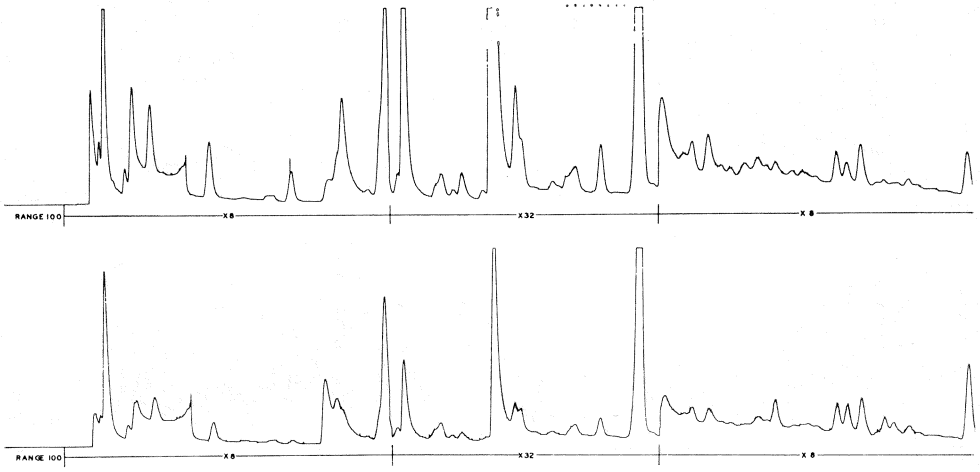


Fig. 9. — *Aroma complexes from two different coffees (sample on top same as in fig. 8)*

large quantities of coffee, continuously solvent-extract large quantities of the steam distillates, and concentrate the organic solutions prior to analysis ; and all this presents serious problems when one is trying to obtain a representative sample. In view of this, we have preferred to use a different method to obtain the starting material for our identification work. This is done by stripping the volatile fraction, at room temperature and at a pressure of fractions of a micron, from the mixture of glycerides secured by extrusion-pressing of whole, roasted coffee beans.

The outstanding characteristic of the aroma complex is its instability. The material, which is obtained as a mobile yellow oil, will in fact turn rapidly dark when standing (we find that about the only way to keep our samples in good condition is by storing them at — 180 ° in an inert atmosphere).

It should be noted, however, that the aroma complex so obtained can be fractionally distilled, with no supply of heat, in such a manner that the most active deterioration promoters are confined to a few distillation cuts.* I'm not at liberty to expand on this point at the present time, but I will say that, while the progress of the deterioration process of a given aroma complex can be easily followed by VPC, the degree of resolution available at the time when this work was done seemed to indicate only quantitative differences between aroma complexes obtained from various types of coffee. This work is being repeated now with better resolution, and I hope that — at a later date — we shall be able to report on the nature of some components of the mixture that act as deterioration promoters.

In view of the instability of the aroma complex, it may be argued that, when one uses VPC as a separating technique — and this necessarily involves supply of heat to the samples, since several of the components of the mixture boil well over 200 — the chromatographic peaks might keep on proliferating almost *ad infinitum* ; that is, that constant decomposition of the sample during VPC analysis might continually generate new substances from the original material. That this actually occurs in some instances is an unpleasant reality, well known especially to investigators involved in VPC studies of labile flavor compounds.

While this fact alone would seem to discredit VPC as a separating technique in the study of such a delicate mixture as the aroma complex of coffee, experimentation with recent improvements (direct on-column injection, temperature programming, appropriate pretreatment of chromatographic supports, etc.) has partially restored our faith in the applicability of the method to our problem. However, it must be pointed out that great care must be exercised in the choice of the chromatographic conditions employed ; it is quite obvious, in fact, that — no matter how good the resolving power achieved — a given combination of support, substrate, mode of injection, temperature or temperature programming, column material (stainless steel, aluminum, glass), etc., clearly has to be considered unsuitable for a meaningful analysis if, in the process of analysis, the sample is in any way deteriorated. In fact, for a given set of analytical conditions to be acceptable, it must be shown that total trapping of the VPC eluate yields a material identical in all respects — and, especially, in organoleptic properties — with the material originally injected into the instrument. This is not always easy to do, besides being

* In the original talk, the instability of the aroma complex and its fractionation were illustrated by color slides. Unfortunately, these could not be reproduced in the text.

time-consuming and boring, but it must be stressed that this step should be kept in due consideration ; otherwise, one might be led astray down the garden path. In other words, one might spend time analyzing artifacts rather than the true components of the mixture at hand.

Figure 10 shows two chromatograms of the aroma complex as we obtain it. While the first one was so attenuated as to best show the components present, the second was run on one single attenuation in order to try to show that the difficulty of the work of identification resides not only in the unstability of the sample and in the large number of its constituents but also in the fact that, as we have stated in our first paper in the series on coffee (15), only seventeen compounds make up 80 % and only thirty compounds make up 90 % of the aroma complex, while more than seventy compounds constitute the remaining 10 % of the mixture. In this estimate, based on data available to us in 1962, we have been, however, overoptimistic. In fact, reports have been circulated stating that the aroma complex of coffee may actually be made up of approximately 250 components. While there is no particular reason to doubt these reports, I must say that we have not seen a chromatogram of the aroma complex — from any laboratory — showing these many compounds. Thus, I would be only too happy if someone will be able to show that, under certain chromatographic conditions, one can indeed achieve complete — or almost complete — resolution of the aroma complex ; even if this involves the use of up-to-one-mile-long capillary columns. This would be a very important advance, indeed. Actually, I would say that the limiting factor in identifying all the components of the aroma complex of coffee may just be the imperfect resolution that we can achieve by VPC. This is especially true now that the potentialities of the direct hook-up of the gas chromatograph to the mass spectrometer have been demonstrated. In our laboratory, we have not been able to see 250 compounds, but only as many as shown in Fig. 11, where — I believe — one can count as many as 150 peaks or shoulders.

By means of the next few chromatograms, I will attempt to show that obtaining the aroma complex as we do in our laboratory — besides presenting the obvious advantages of not requiring solvent extraction and removal of the solvent — is probably justified by the fact that the components of this aroma complex are essentially the same as those that one can obtain from roasted coffee by other techniques. Figure 12, for example, shows a comparison of an aqueous solution of our aroma complex with a volatile fraction obtained by steaming ground and roasted coffee. The qualitative similarity should be readily apparent, even though the relative quantities of the various constituents of the mixture are obviously different in the two samples.

Of course, one can argue that the steam distillate of coffee is not necessarily representative of the aroma of coffee as we know it or consume it. And this is certainly true. Thus, let's compare next the head-space of our aroma complex with the head-space of gound coffee. From Fig. 13, it appears that, while the low-boiling constituents are obviously the same in the two mixtures, the concentration of the high-boiling constituents is so low in the head-space of roast and ground coffee that a visual comparison between the two samples in this region of the chromatogram becomes in fact quite difficult. Basically, the same thing applies when we compare the head-space of our aroma complex with the head-space of a cup of coffee, as shown in Fig. 14. One can argue, however, that it may not be fair to compare the head-space of the aroma complex — which is not in an aqueous medium — with the head-space of coffee brew, which,

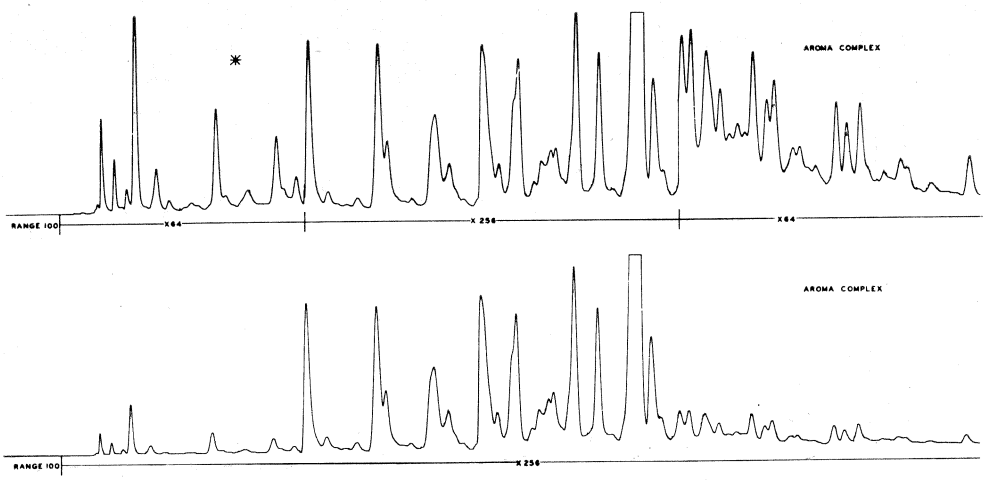


Fig. 10. — *Chromatograms of an aroma complex at different attenuation settings*

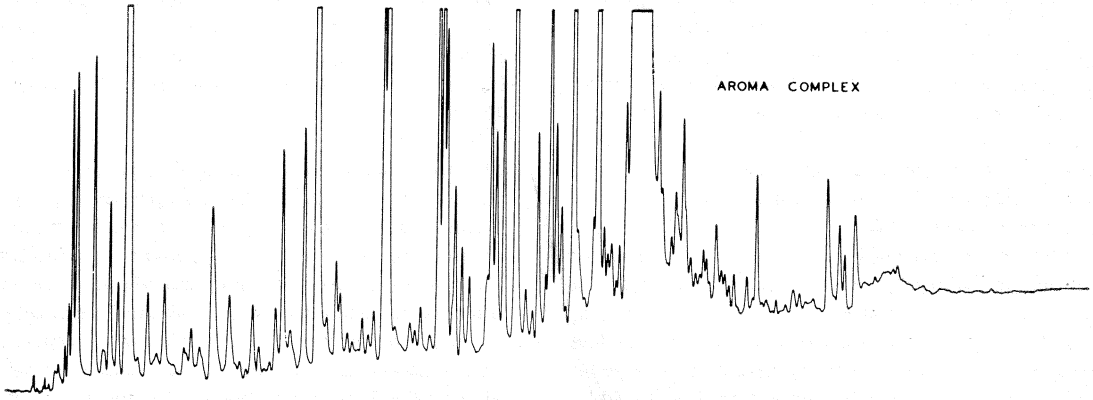


Fig. 11. — *Improved chromatogram of an aroma complex (no compensation for column bleed)*

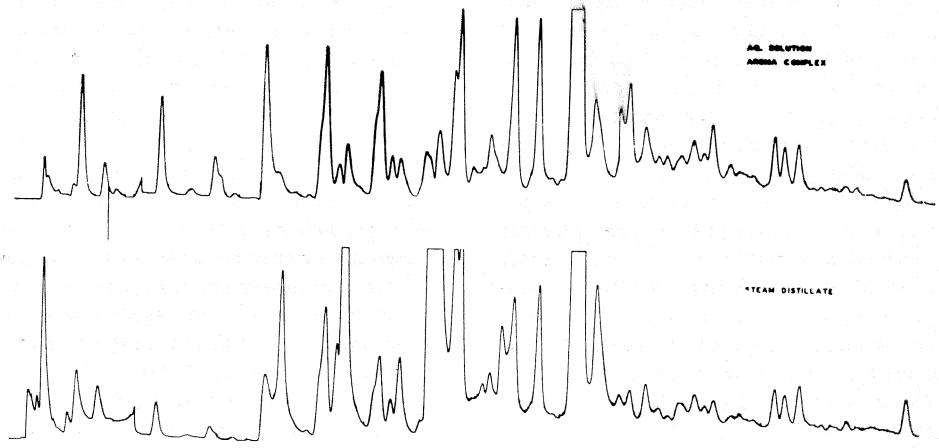


Fig. 12. — *Chromatograms of an aqueous solution of an aroma complex and of a steam-distillate from coffee*

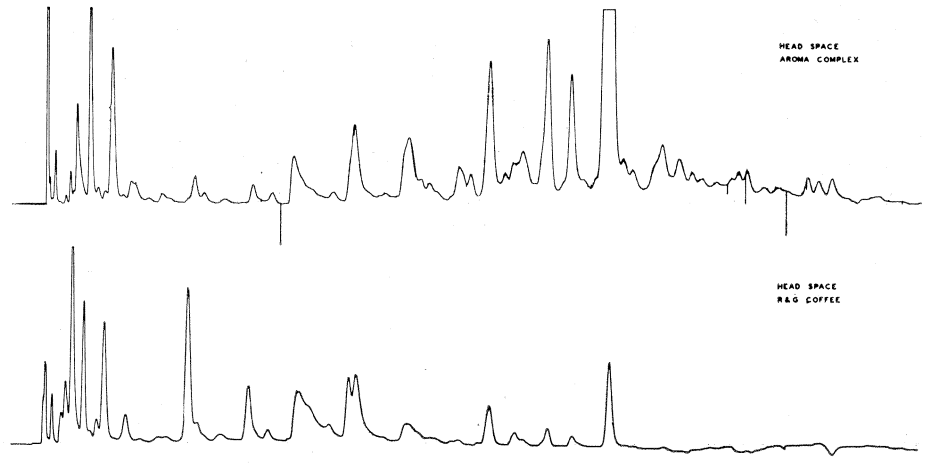


Fig. 13. — *Head-spaces of an aroma complex and of roast and ground coffee*

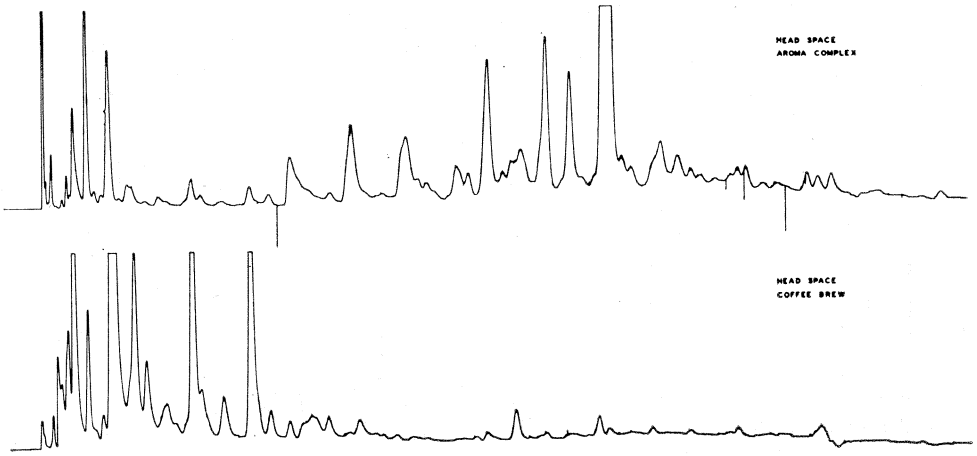


Fig. 14. — *Head-spaces of an aroma complex and of a coffee brew*

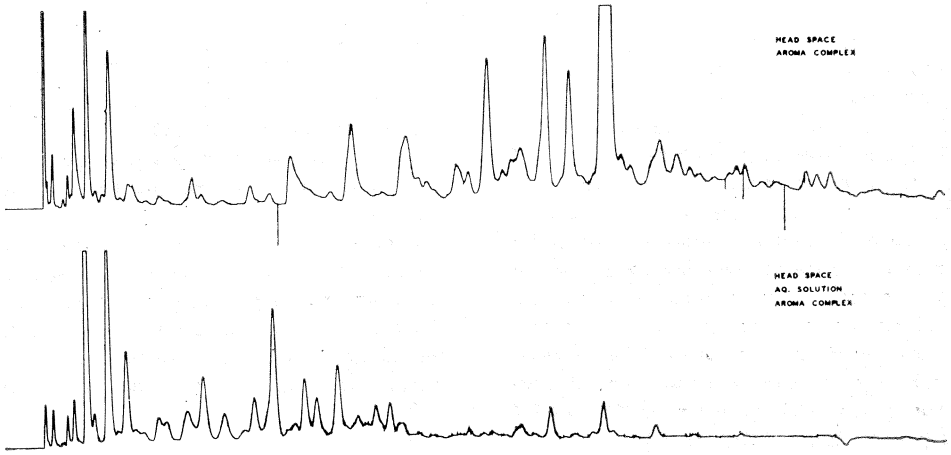


Fig. 15. — *Head-spaces of an aroma complex and of the corresponding aqueous solution*

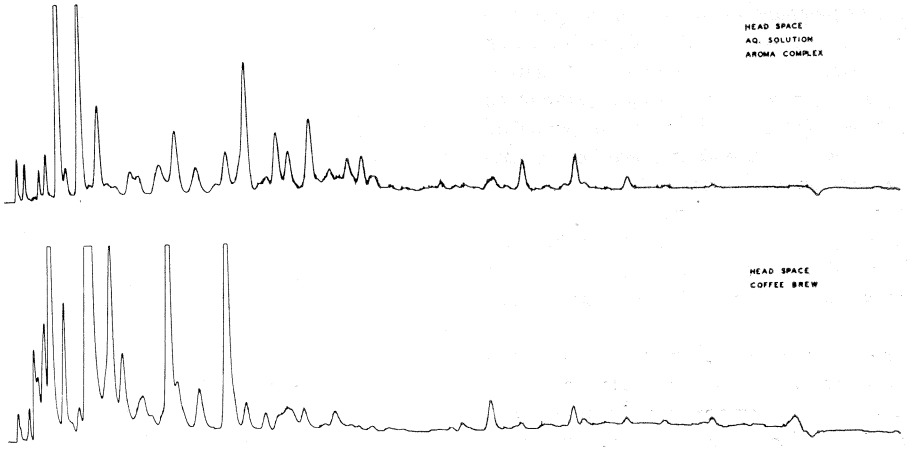


Fig. 16. — *Head-spaces of the aqueous solution of an aroma complex and of a coffee brew*

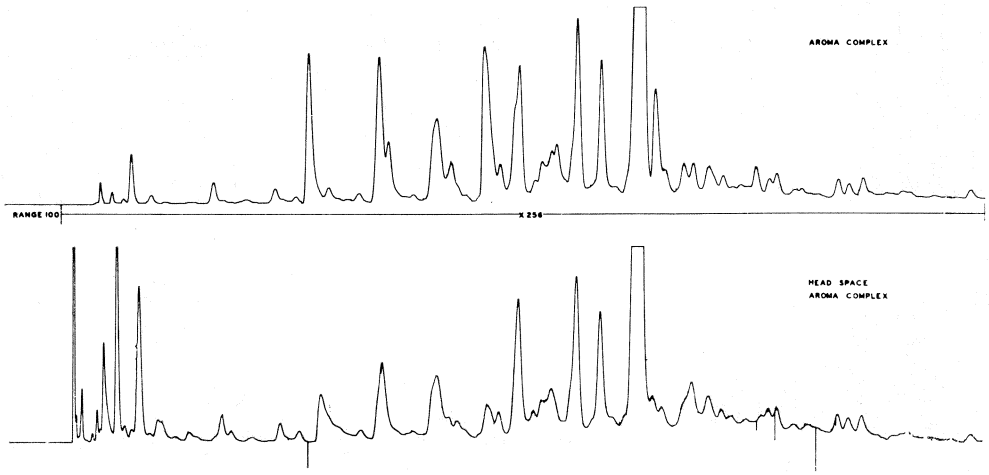


Fig. 17. — *An aroma complex and its head-space*

in fact, contains volatiles in a dilute aqueous solution. This is so because the aroma of a given volatile mixture will obviously vary depending on whether the mixture is contained in a vessel with no solvents of any kind added or whether it is diluted by a vehicle of one type or another. Figure 15 shows, in fact, chromatograms of the head-space of our aroma complex — as such — and of the head-space of a dilute aqueous solution of the same aroma complex. As we can see, the vapors above the aqueous solution are relatively much weaker in the high-boiling components, a clear effect of the solvent on the relative volatility of the constituents of the solution. At this point, I certainly want to mention the very interesting observations in this field made by Dr WEURMAN and reported during the first colloquium of the I. F. C. C.; his report, in fact, seems to me one of the most lucid appraisals that I have ever seen of some of the basic problems that one encounters in flavor work (21).

Now then — seen the effect that the vehicle has on the composition of the head-space of the aroma complex — we can compare the head-space of a dilute aqueous solution of our aroma complex with that of a cup of coffee. Figure 16 shows that, except for obvious quantitative differences, the bulk of the components is probably the same in both cases ; but one should not be too surprised if some exceptions will be found.

I think, however, that the above figures — and considerations of convenience — should justify the fact that we used, for most of our work of identification, the aroma complex obtained from coffee oil, as I have described.

Figure 17, where the aroma complex and its own head-space are compared, should serve to call attention to the fact that what are very small components of a given mixture — as a liquid — could become quite important components of its vapors, and possibly quite determinant of the aroma of the liquid. Since, in the case of coffee, we have not as yet been able to attribute with certainty the aroma to any one substance or to any small number of substances, we then are forced to admit that a complete resynthesis of a mixture smelling like coffee would seem to require, at the moment, complete identification of all the constituents of the aroma complex that one wants to reproduce.

Figure 18, which represents some of the furanic and pyrrolic compounds whose presence in the aroma complex we have already reported (18), illustrates the fact that a certain amount of systematicity exists in the formation of coffee volatiles during roasting. This should also point out that, occasionally, it can be very

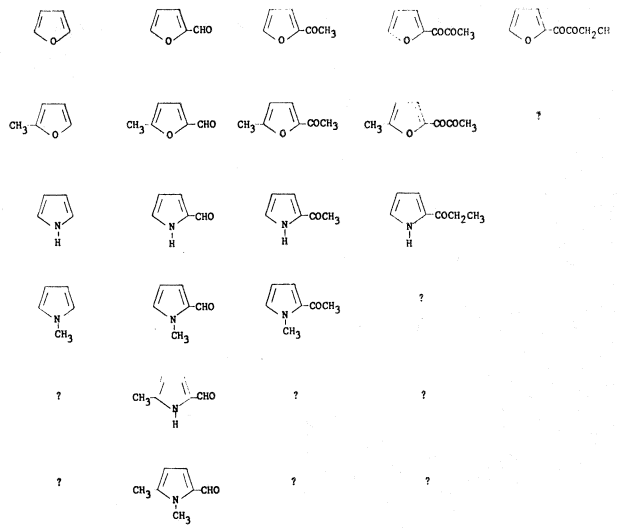


Fig. 18. — *Some of the furanic and pyrrolic compounds isolated from coffee* (see ref. 8)

rewarding to try to predict the type of compounds which should be found in coffee, keeping in mind that essentially all the constituents of the aroma complex are formed by pyrolysis of only a few types of substances.

In conclusion, I hope that my presentation has shown that the tools in our armamentarium are possibly adequate, now, for the task of unraveling the secret of the aroma of coffee. A few teams, including our own, have been gradually publishing the results of their work in this field ; and I certainly think that — especially if an effective international collaboration can be established, in the spirit of the new Association — important progress in coffee technology may well be made in the next few years, with obvious advantages for the whole industry.

REFERENCES

1. E. B. HUGHES and R. F. SMITH, *J. Soc. Chem. Ind.* **68,** 322 (1949) and refs. therein.
2. T. REICHSTEIN and H. STAUDINGER, British Patents 246, 454 and 260, 960 (1926).
3. T. REICHSTEIN, *Perfumery and Essential Oils*, **46,** 86 (1955).
4. S. C. PRESCOTT, R. L. EMERSON and L. V. PEAKES, *Food Res.*, **2,** 1 (1937).
5. S. C. PRESCOTT, R. L. EMERSON, R. B. WOODWARD and R. HEGGIE, *ibid.*, **2,** 165 (1937).
6. W. R. JOHNSON and C. N. FREY, *JACS*, **60,** 1624 (1938).
7. J. W. RHOADES, *Food Res.*, **23,** 254 (1958).
8. J. W. RHOADES, *J. Agr. Food Chem.*, **8,** 136 (1960).
9. A. ZLATKIS and M. SIVETZ, *Food Res.*, **25,** 395 (1960).
10. J. H. SULLIVAN, D. H. ROBERTSON and C. MERRITT, Abstracts 135th Meeting A. C. S., Boston, Mass., April 1959.
11. D. A. M. MACKAY, D. A. LANG and M. BERDICK, *Anal. Chem.*, **33,** 1369 (1961).
12. C. MERRITT and J. WALSH, *Anal. Chem.*, **35,** 110 (1963).
13. C. MERRITT, M. L. BAZINET, J. H. SULLIVAN and D. H. ROBERTSON, *J. Agr. Food Chem.*, **11,** 152 (1963).
14. R. RADTKE, R. SPRINGER, W. MOHR and R. HEISS, *Zeitsch. Leben.-Untersuch.*, **119,** 293 (1963).
15. M. A. GIANTURCO, A. S. GIAMMARINO and R. G. PITCHER, *Tetrahedron*, **19,** 2051 (1963).
16. M. A. GIANTURCO and P. FRIEDEL, *Tetrahedron*, **19,** 2039 (1963).
17. M. A. GIANTURCO, P. FRIEDEL and A. S. GIAMMARINO, *Tetrahedron*, **20,** 1763 (1964).
18. M. A. GIANTURCO, A. S. GIAMMARINO, P. FRIEDEL and V. FLANAGAN, *Tetrahedron*, **20,** 2951 (1964).
19. W. D. MACLEOD et al., *J. Food Science*, **29,** 565 (1964).
20. W. D. MACLEOD, Abstracts of 149th Meeting of the Amer. Chem. Soc., Detroit, Mich., April 1965, 15 P.
21. C. WEURMAN, Compt. rend. of the « Premier Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés », Paris, May 20-22, 1963 (*Café, Cacao, Thé*, n° 4, 1963).
22. For a Review of the Chemistry of Coffee up to 1957, see : E. E. LOCKHART in « Chemistry of Natural Food Flavors », edited by J. H. MITCHELL et al., U. S. Government Printing Office : 1957, 0-436956.

DISCUSSION

M. SMITH : I recently met Pr REICHSTEIN at a meeting in Cambridge, and asked him why he had not yet reported the results of the valuable work of STAUDINGER and REICHSTEIN. His answer was that he had not found sufficient time to do so, but he is now considering publication in the near future.

— M. GIANTURCO : This would be highly desirable.

M. WOOTTON : The method of collection of aroma concentrate that has been used by Dr GIANTURCO, via the oils expressed from ground roast coffee, is clearly a straightforward and attractive technique. However should we not expect the constitution of the concentrate derived in this way to be a function of the relative proportions of solid, insoluble matter, « free » water and expressible oils ?

— M. GIANTURCO : Standardization again is very important, but not now. First we want to identify the compounds and there is much work in the field ; one of the chromatograms that I have shown presents 150 peaks !

M. REYMOND : The results on « steam-volatile aroma » can be expressed also under an aromagram form in which furfurylacetate is used as an internal standard ; in these conditions, we do find also an increase in relative pyridine and phenolic contents when the degree of roasting is increasing.

— M. GIANTURCO : This shows, among other things, that my Company took a very wise decision in letting us say something on what we know about coffee. I am sure that my colleagues at Nestlé or Maxwell House know as much (and probably more) as we do.

M. STREULI : What is the relationship between the « aroma complex » isolated and analysed and coffee flavour ? Neither a steam distillate from roasted coffee under atmospheric pressure, nor even less a molecular distillate from oil represent the true flavour of a coffee brew or of roasted coffee respectively. Therefore it would be interesting to know about the contribution of the different compounds found in the samples analysed, to real coffee flavour.

— M. GIANTURCO : I want to say clearly that the particular fraction with which we worked is not necessarily one over which you would be in ecstasies when you smell it.

I have shown that the composition of the head space mixture is quite different from the one of a cup of coffee, quantitatively. The first stage of our work was to find an easily obtainable mixture which would only present compounds present in the fresh brew, so that they could be analysed. I am sorry, I am not allowed to tell you more.

M. CHOVIN : Les chromatogrammes que vous avez montrés ont des largeurs de pics égales du début à la fin et, par conséquent, je suppose que ce sont des chromatogrammes effectués en température programmée ?

— M. GIANTURCO : Yes.

M. CHOVIN : Est-ce par la méthode cryogénique de Merritt ?

— M. GIANTURCO : No, we don't use this method. We start at 50 °C and we reach 200 °C.

M. CHOVIN : La question se posera peut-être d'appliquer à ces chromatogrammes à températures programmées les indices de rétention de Kovats, dans la mesure où on peut, dans la formule qu'avait donnée M. LEBBE, remplacer les logarithmes des distances de rétention réduites, par les températures de rétention. Cela permettra peut-être d'apporter également une systématisation dans l'identification, mais quand il sera démontré que les conditions opératoires n'influent pas trop sur la valeur de l'indice ainsi obtenu.

— M. GIANTURCO : I am convinced that after the identification has been made, the Kovats indices can be extremely useful in coordinating the positions of the peaks with the compounds. As for using them as a means of identification, I would never do it.

M. CHOVIN : En effet, si on se limite à l'utilisation d'une seule phase cette méthode présente des dangers, mais cela devient de moins en moins dangereux si on fait l'identification sur plusieurs phases et en particulier si on utilise des appareils qui permettent, par une commutation de colonnes, d'envoyer, par exemple, sur une phase polaire, une microbande, un micro-pic, sélectionné à la sortie d'une colonne apolaire.

— M. GIANTURCO : One of the limitations of the Kovats method is that the compounds must be known. Perhaps there is no indices on that. Many of the compounds we found were not reported in the literature.

M. CHOVIN : On peut toujours obtenir l'indice, mais hélas ne pas savoir à quelle structure il correspond.

Je pense qu'avant de nous séparer, il faudrait élargir le débat de manière à tirer les conclusions générales de la réunion d'aujourd'hui et des communications qui ont été présentées : toutes les idées qui ont été émises vont avoir le temps de germer dans les esprits d'ici vendredi et il serait heureux que les personnes intéressées par les questions d'identification, de mesures par la méthode de chromatographie en phase gazeuse se réunissent vendredi, comme prévu, de manière à discuter en plus petit comité un certain nombre de points. Pour ma part, j'ai retenu, en me basant sur les exposés et discussions d'aujourd'hui :

1) Avec la chromatographie en phase gazeuse, en particulier avec l'utilisation des colonnes capillaires et celle des spectrographes de masse, on dispose d'une extraordinaire possibilité instrumentale permettant la résolution d'un grand nombre de constituants dans un mélange complexe, et, moyennant un très grand travail, leur identification. Ce travail d'identification est donc en train de se faire, peut-être est-il même achevé, mais finalement je crois que la question qui se pose est : que veut-on faire ? A quoi veut-on aboutir ? M. GIANTURCO a répondu par avance à cette question en disant qu'il avait voulu avec sa méthode du complexe d'arôme obtenir quelque chose qui ne représentait pas nécessairement l'arôme du café, mais qui renfermait le maximum des substances qu'on pouvait rencontrer dans cet arôme. Si bien que ce qui représente l'arôme lui-même doit être un choix de ces différentes substances, avec ce qu'on pourrait appeler des indices pondéraux, caractéristiques de chacune d'entre elles. Autrement dit, le problème qui doit se poser au groupe que mène le Dr HEESTERMAN, me semble être le suivant : que doit-on analyser si l'on veut avoir une représentation, même grossière, de l'arôme du café, puisque nous avons à notre disposition le complexe d'arôme, le distillat à la vapeur, les extraits par solvant, l'espace de tête du café moulu et l'espace de tête du café boisson. Dans quelle voie doit-on se diriger de manière que les personnes qui ont accepté de collaborer au groupe ne fassent pas des travaux qui se révèleraient inutiles. Une discussion autour de ce thème général devrait donner des indications et des orientations de travail.

2) *Le deuxième point qu'il me paraît utile de discuter serait le suivant : n'y aurait-il pas la possibilité de constituer une sorte de banque de produits purs intervenant dans le complexe d'arôme, dans l'arôme du café, de manière que chaque fois qu'un constituant aurait été synthétisé (il faut une synthèse univoque permettant d'identifier encore plus sûrement le composé), on puisse comparer ensuite les caractéristiques spectrographiques, chromatographiques, spectrographiques de masse du produit pur, à celles du constituant supposé identifié du complexe, de manière que les caractéristiques chromatographiques, spectrographiques et autres puissent être communiquées aux personnes que cela intéresse. Comme caractéristique chromatographique, je reviens sur les indices de rétention dont nous avons parlé. Je crois qu'il faut se défendre d'avoir voulu faire dire à ces indices de Kovats plus qu'ils ne signifient ; une réunion de travail pourrait les situer à leur niveau d'importance exact dans l'étude générale, sans vouloir dire que c'est la panacée universelle d'identification, sans vouloir non plus les négliger tout à fait, jusqu'à les rejeter.*

Souhaiteriez-vous que d'autres thèmes soient abordés vendredi matin dans cette réunion ?

M. WOOTTON : It is a question of standardization of techniques which actually is going to be important as Dr GIANTURCO has said ; you cannot do anything at the present moment if you are willing to standardize immediately. But it is going to come up and one of the matter I would suggest is : what roasting conditions to use ? Perhaps we could use the suggestions of Dr ILLY at the first conference as a basis for discussion of some sorts of standard roasting techniques.

M. CHOVIN : Je suis pleinement d'accord pour que ce troisième thème figure à la discussion.

GIANTURCO (M. A.), GIAMMARINO (A. S.). — **Considérations sur l'étude des constituants aromatiques du café torréfié.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 169-182, fig., réf.

Après une revue de la littérature traitant des constituants aromatiques du café torréfié, les techniques employées pour isoler le « complexe aromatique » et pour séparer et identifier les composants de ce complexe sont brièvement discutées. Les AA. soulignent notamment que le plus grand soin doit être apporté au choix des conditions dans lesquelles est effectuée la chromatographie en phase gazeuse si l'on veut éviter une sérieuse détérioration de l'échantillon au cours de l'analyse.

La formation de produits volatils au cours de la torréfaction est illustrée au moyen de chromatogrammes en phase gazeuse et les AA. suggèrent que des études de ce type pourraient aider à déterminer les constituants volatils essentiels à la formation de l'arôme total du café torréfié.

Des chromatogrammes sont aussi utilisés pour illustrer la relation entre le complexe aromatique, tel qu'obtenu dans le laboratoire des AA., et les échantillons de la fraction aromatique du café obtenue par différentes techniques.

Les AA. insistent sur le fait que la compréhension de la formation des composants volatils au cours de la torréfaction pourrait faciliter le travail d'identification.

GIANTURCO (M. A.), GIAMMARINO (A. S.). — **Considerations on the study of the aromatic constituents of roasted coffee.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 169-182, fig., réf.

The literature pertaining to the aromatic constituents of roasted coffee is reviewed and techniques employed for the isolation of the « aroma complex » and for the separation and identification of its constituents are briefly discussed. In particular, it is pointed out that great care must be exercised in the choice of the gas chromatographic conditions, if serious deterioration of the sample during analysis is to be avoided.

The development of volatiles during roasting is illustrated by means of gas chromatograms and it is suggested that studies of this type may be of help in determining which of the volatile constituents are essential to the development of the complete aroma of roasted coffee.

Chromatograms are also used to illustrate the relationship between the « aroma complex », as obtained in the authors' laboratory, and samples of the aromatic fraction of coffee obtained by different techniques.

It is pointed out that an understanding of how the volatiles are formed during roasting can facilitate the task of identification.

GIANTURCO (M. A.), GIAMMARINO (A. S.). — **Betrachtungen über die Untersuchung der Aromakomponenten des Röstkaffees.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 169-182, fig., réf.

Nach einer Übersicht der Literatur über die Aromakomponenten des Röstkaffees wird die Methode zur Isolierung der « Aromakomplexbildung » und zur Trennung und Identifizierung der Bestandteile dieser Komplexbildung kurz erörtert. Es wird auf die Notwendigkeit hingewiesen, die Wahl der Bedingungen unter welchen die Gaschromatographie durchgeführt wird mit grösster Sorgfalt zu treffen, falls eine ernsthafte Verderbnis der Probe im Verlauf der Analyse verhütet werden soll.

Die Bildung flüchtiger Stoffe im Verlauf der Röstung wird durch Gaschromatographie veranschaulicht und es wird die Anregung gemacht, derartige Untersuchungen zur Bestimmung der zur Bildung des Gesamtaromas des Röstkaffees wesentlichen flüchtigen Komponenten heranzuziehen.

Chromatogramme dienen ebenfalls zur Illustrierung der Beziehung zwischen der Aromakomplexbildung, wie sie im Labor der Autoren erzielt wurde und den Proben des durch verschiedene Arbeitsweisen erhaltenen Aromabruchteils des Kaffees.

Die Autoren betonen, dass die Kenntnis der Bildung der flüchtigen Komponenten im Verlauf der Röstung die Identifizierungsarbeit erleichtern könnte.

GIANTURCO (M. A.), GIAMMARINO (A. S.). — **Consideraciones sobre el estudio de los constituyentes aromáticos del café tostado.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 169-182, fig., réf.

Después de pasar en revista la literatura relativa a los constituyentes aromáticos del café tostado se discuten brevemente las técnicas utilizadas para aislar el « complejo aromático » y para separar e identificar los componentes de este complejo. Los autores insisten en que deben escogerse con el mayor cuidado las condiciones en las cuales se efectúa la cromatografía en fase gaseosa para evitar una grave deterioración de la muestra durante el análisis.

Se ilustra con cromatogramas en fase gaseosa la formación de productos volátiles durante la tostadura y los autores sugieren que los estudios de este tipo podrían contribuir a determinar los constituyentes volátiles esenciales para la formación del aroma total del café tostado.

También se utilizan cromatogramas para ilustrar la relación entre el complejo aromático obtenido en el laboratorio de los autores y las muestras de la fracción aromática del café obtenida con diferentes técnicas.

Los autores insisten en que el conocimiento de la formación de los componentes volátiles durante la tostadura podría facilitar el trabajo de identificación.

GIANTURCO (M. A.), GIAMMARINO (A. S.). — **Considerações sobre o estudo dos constituintes aromaticos do café torrado.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 169-182, fig., réf.

Depois de uma revisão bibliográfica sobre os constituintes aromáticos do café torrado, discutem-se sucintamente as técnicas empregadas para isolar o « complexo aromático » e para separar e identificar os componentes deste complexo. Os autores chaman particularmente a atenção para o facto de que deve ser dispensado o maior cuidado à escolha das condições em que é realizada a cromatografia em fase gasosa, se se quer evitar uma séria alteraçao da amostra durante a análise.

A formação de produtos voláteis no decurso da torrefacção é documentada por meio de cromatogramas em fase gasosa e os autores sugerem que estudos deste tipo poderiam ajudar a determinar os constituintes voláteis, que são essenciais à formaçao do aroma total do café torrado.

Os cromatogramas são também utilizados para documentar a relação entre o complexo aromático, tal como é obtido no laboratório dos autores, e as amostras da fracção aromática do café, preparado por diferentes técnicas.

Os autores insistem no facto de que o conhecimento da maneira como se forman os componentes voláteis, durante a torra, poderá facilitar o trabalho da sua identificação.

THE IDENTIFICATION OF THE VOLATILE COMPOUNDS IN GROUND ROASTED COFFEE BY GAS CHROMATOGRAPHY AND MASS SPECTROMETRY

C. MERRITT, Jr. and D. H. ROBERTSON
Pioneering Research Division,
U. S. Army Natick Laboratories *

It is well known that green coffee beans have none of the flavor or aroma characteristics associated with roasted beans. Heat treatment during roasting causes highly complex pyrolytic reactions, the course of which influences the organoleptic quality of the product. At present, the evaluation of roasted beans or brewed coffee depends upon subjective opinions from a flavor panel. This type of evaluation provides information of limited usefulness. Ideally, chemical identification of the flavor components of coffee and evaluation of those components which have flavor significance lead to knowledge of what products the roasting conditions should favor.

Studies of this problem have been in progress in many laboratories for several years but, until recently, the results were rather disappointing. It has been a basic assumption that the flavor components may be related to the volatile compounds produced in the bean during roasting, and accordingly, it has been further assumed that chemical analysis would show to what compounds the flavor might be attributed. Unfortunately, until recently it has not been possible to acquire enough good analytical data about the composition of the volatile compounds produced to relate this information to the flavor compounds involved. Although complete correlation of flavor with composition seems unlikely to be achieved in the near future, improved methods of analysis are now beginning to provide some of the needed data. This report is concerned primarily with the use of modern analytical methods such as gas chromatography and mass spectrometry to accomplish the separation and identification of the components of the complex mixtures of compounds isolated from ground roasted coffee beans.

METHODS

Collection and fractionation

Volatile components of coffee are defined in this study as those which may be distilled under vacuum at room temperature from the dry, ground, roasted coffee. The collection and fractionation technique has been described in detail in a previous publication (1). This technique was adopted to avoid the possibility of chemical change from heat-induced or heat-accelerated distillation, to prevent chemically-induced changes from use of solvents (including water) and to insure representative sampling by an entirely static transfer procedure. A schematic representation of this fractionation technique appears in Figure 1. After isolation according to this scheme, the center cut, the water fraction or the carbon dioxide fraction is transferred to a sample trap (2, 3) for purposes of gas chromatographic separation and subsequent mass spectrometric analysis.

An alternative technique employing a can sampling device, described below, was developed to permit

(*) Natick, Massachusetts, U. S. A.

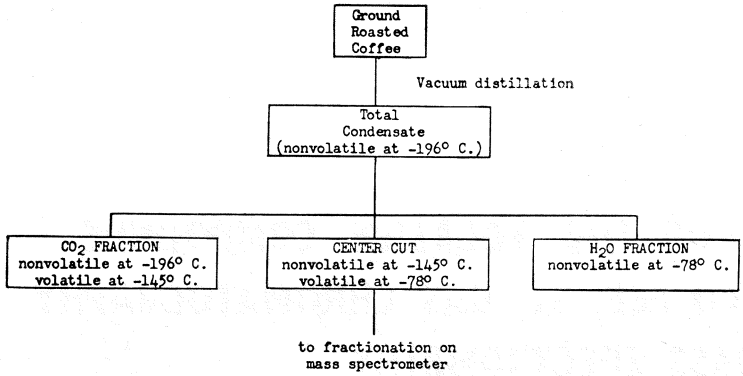
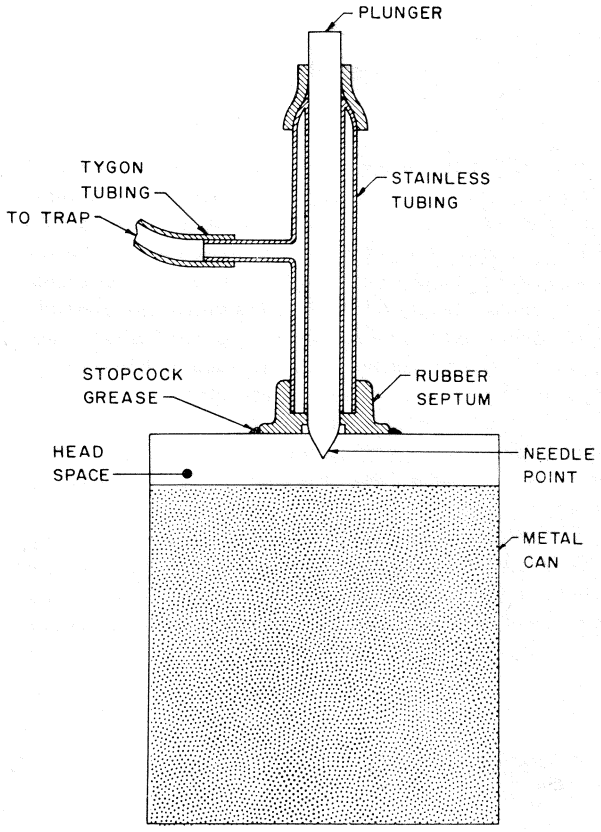


Fig. 1. — *Diagram of the fractionation of a sample of coffee aroma*

Fig. 2. — *Schematic diagram of can sampling device*



direct sampling of the head-space aroma over a vacuum-sealed can of coffee. This type of sample is useful in monitoring changes produced by variation in blend and in roasting conditions.

Head-space : a schematic diagram of the can sampling device used for the collection of head-space is shown in Figure 2. A trap, in which the head-space is to be collected, and the hose connection are evacuated on a vacuum manifold. When the pressure in the trap is reduced to a micron or less, the stopcock to the manifold is closed and the trap is immersed in liquid nitrogen to facilitate transfer of head-space. Spontaneous transfer of the head-space gas is effected by striking the plunger with sufficient force to drive the needle-point through the cover of the can. Care must be taken to avoid penetration of needle-point into the ground coffee, since this tends to cause clogging of the puncture with fine grounds of coffee.

Center cut : after the head-space sample has been removed from the can, the coffee grounds are transferred to a sampling flask especially equipped with a large diameter opening to facilitate manipulation of gross material. When the sample is in position, a Dewar flask of liquid nitrogen is placed around it. After the flask and its contents reach liquid nitrogen temperature, the system is opened to the vacuum manifold and subsequently evacuated. The system is then closed to the vacuum manifold, the Dewar flask of liquid nitrogen is removed from the sample flask and the gas collection trap is immersed in liquid nitrogen. After the sample has warmed to room temperature, material is allowed to distill into the cooled gas collection trap for 36 hours. Periodically during the distillation, the stopcock of the collection trap is opened to the vacuum manifold in order to remove noncondensable air gases which have collected with the coffee volatiles. During this operation, the sample flask is closed to the vacuum system. Subsequently, after isolation of a total condensate by this procedure, the center cut is isolated by low temperature and high vacuum manipulation as shown in Figure 1.

The amount of center cut collected usually represents approximately 3 mm of total pressure in a total volume of about 250 ml. Individual aliquots are removed from the gas collection trap via the vacuum manifold into sampling traps (3) for analysis by means of the combined gas chromatography-mass spectrometry system described below.

Water fraction : the water fraction collected from one pound of coffee is approximately 3 ml. of straw-colored, slightly syrupy liquid. The latter is extracted three times with 1 ml. portions of diethyl ether. The combined ether extracts are placed in a sample container which is maintained at —78 °C by means of a dry ice-ethanol slurry. The cooled extract is placed on the vacuum manifold and the ether distilled during a period of one hour. When the vacuum gauge indicates a pressure of $< 2\ \mu$ at —78 °C, the gross separation of the ether is considered to have been effected (4).

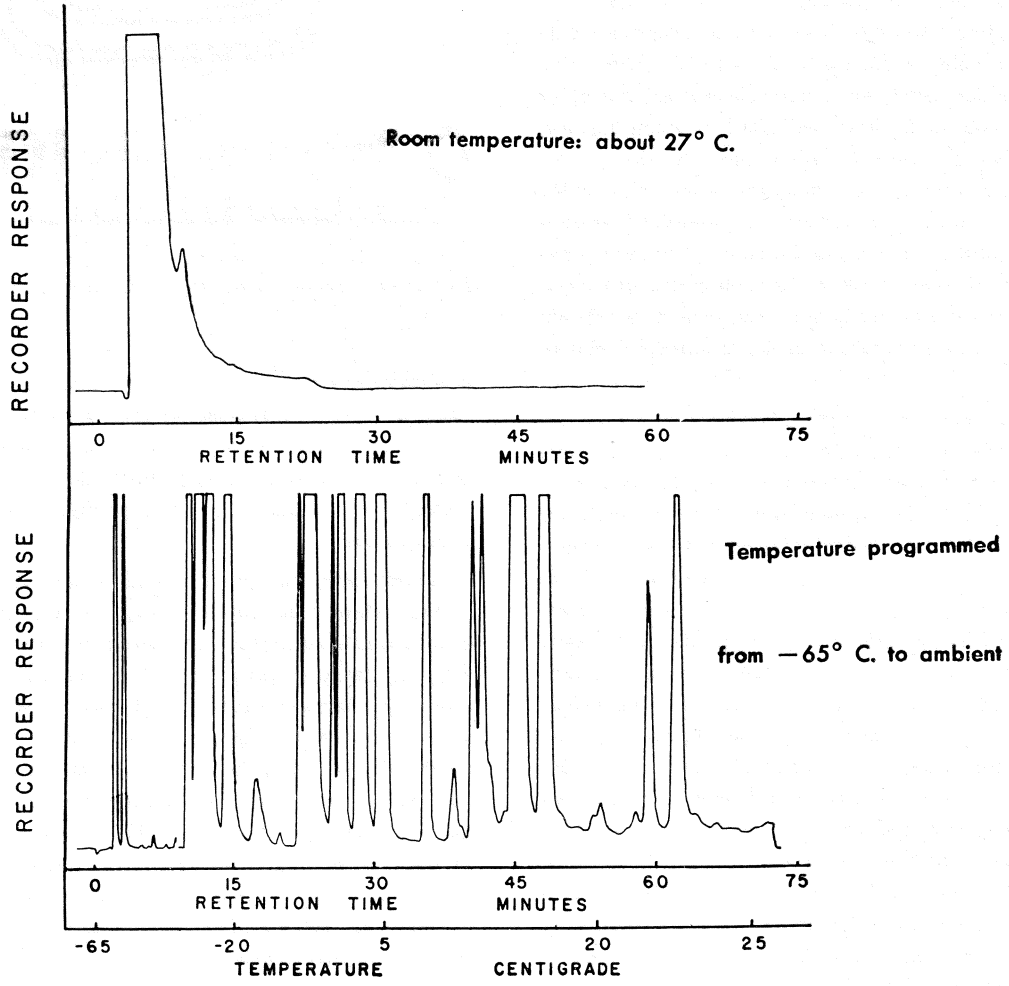
Carbon dioxide fraction : this fraction rarely contains any components other than carbon dioxide ; trace quantities of residual compounds not completely separated which have been identified have been shown to be identical with components of the center cut. It is therefore not routinely analyzed.

Analysis

The earlier analyses of the volatile components in roasted coffee beans reported from this laboratory have been based on the center cut only. It is now possible to carry out a more complete analysis. Two principal developments in analytical technique have made complete analysis possible. The first is the use of programmed cryogenic temperature gas chromatography (5, 6, 7) to separate the mixtures of volatile components and the second is the use of a rapid scanning-mass spectrometer to identify the components as they are eluted from the gas chromatograph (6).

The advantages of subambient programmed temperature operation of the gas chromatographic column have been fully described in the literature (5, 6, 7). An example of the remarkable effectiveness of the technique

Fig. 3. — *Gas chromatographic separation of a coffee aroma sample*



is illustrated in Figure 3 which shows a comparison of the resolution obtained when the volatiles from a coffee center cut are separated on a chromatographic column isothermally at room temperature, and when programmed at 2 °C/min from —65° to room temperature.

Another aspect of cryogenic programming which is very important is the ability to analyze for trace quantities of organic compounds in the presence of diluents such as water. The ether extract of the water fraction as described above, after concentrating to a volume of about a milliliter on the vacuum manifold at —78 °C is placed in a sample tube of the type shown in Figure 4. When filled, so that the solution occupies about one half of the expansion volume on the right, and when attached to the inlet of the gas chromatograph so that the carrier gas can bubble through, the solvent plus the extracted components are vaporized.

If the column temperature is appropriately chosen, the solvent will be eluted, but the solutes will condense on the head of the column. In practice, when the sample is introduced into the gas chromatography-mass spectrometry system the ether is allowed to evaporate onto the column held isothermally at —10 °C. The valve to the mass spectrometer is kept closed and the ether solvent by-passed through the auxiliary pumping system in order to prevent solvent contamination of the mass spectrometer ion source. After about 20 minutes the solvent is gone, the ion source is opened, the temperature program is started and the components are separated and identified. A block diagram of the gas chromatograph-mass spectrometer combination is shown in Figure 5 and a photograph of the apparatus is shown in Figure 6.

The trap in which the sample of head-space, center cut, carbon dioxide fraction or water fraction is collected, is attached to the inlet provided for it on the gas chromatograph. The inlet system has been modified by installing a rotary type 4-way valve so that gaseous samples may be swept onto the chromatographic column with helium carrier gas. This method of sample introduction provided a uniform and very effective means of narrow band, on-column injection. Provision is also made for syringe injection of the sample if required. The column chamber, with a front opening door, is very convenient for changing columns without disturbing the connections to the mass spectrometer ion source. These connections, which require separate heating, are also conveniently located in what was originally the detector cell housing of the gas chromatograph. The gas chromatographic unit employed for this operation is especially useful as an adjunct to the analysis of the components of natural products because of its wide-range linear

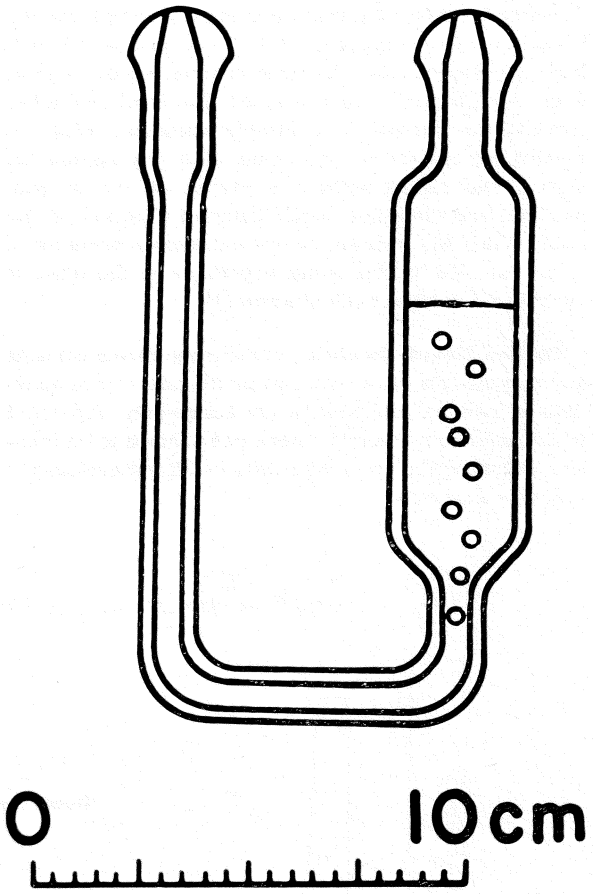


Fig. 4. — *Schematic diagram of ebullition tube used to introduce solvent extract to gas chromatography column*

programming capability. Utilizing liquid nitrogen as a cooling medium, it is possible to operate from —180 °C to + 200 °C (6). Highly volatile components as well as material of lower volatility (e. g., the water fraction of coffee), can be analyzed by appropriate temperature manipulation.

In each case, except for the ether extracts described above, when a sample is ready for introduction, the sample trap is immersed in a heated air bath provided by a pyrex cylinder wrapped with resistance wire. Upon reaching 100 °C, the rotary type 4-way valve is opened and the automatic programmer is actuated. The operator continually monitors the spectra of sample components as they appear on an oscilloscope screen. At will, he may scan any spectrum thus indicated and permanently record it with a direct writing oscillograph. This technique makes it possible to avoid continuous monitoring of known spectra which hold little interest, e. g., carbon dioxide or other components which are present in large amounts or which elute over a broad temperature range.

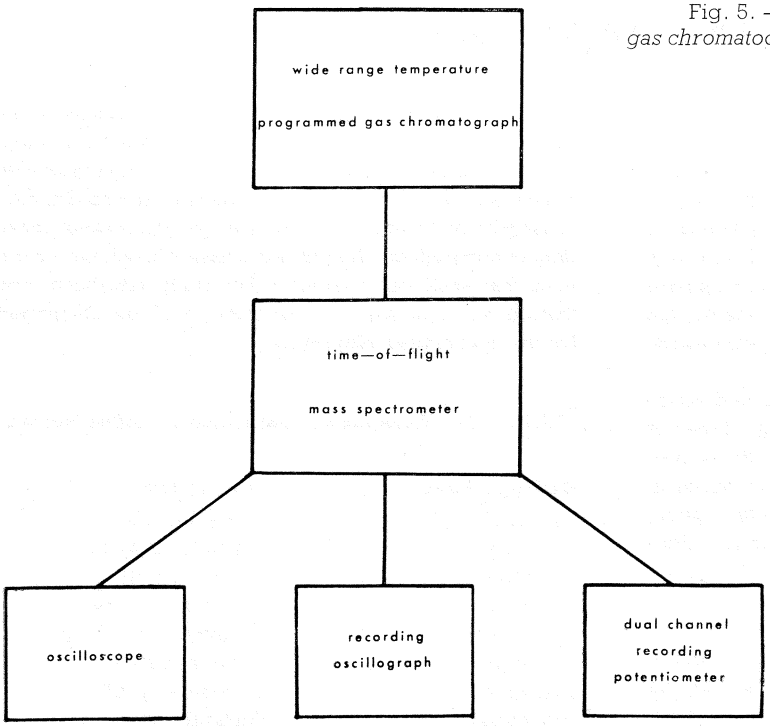
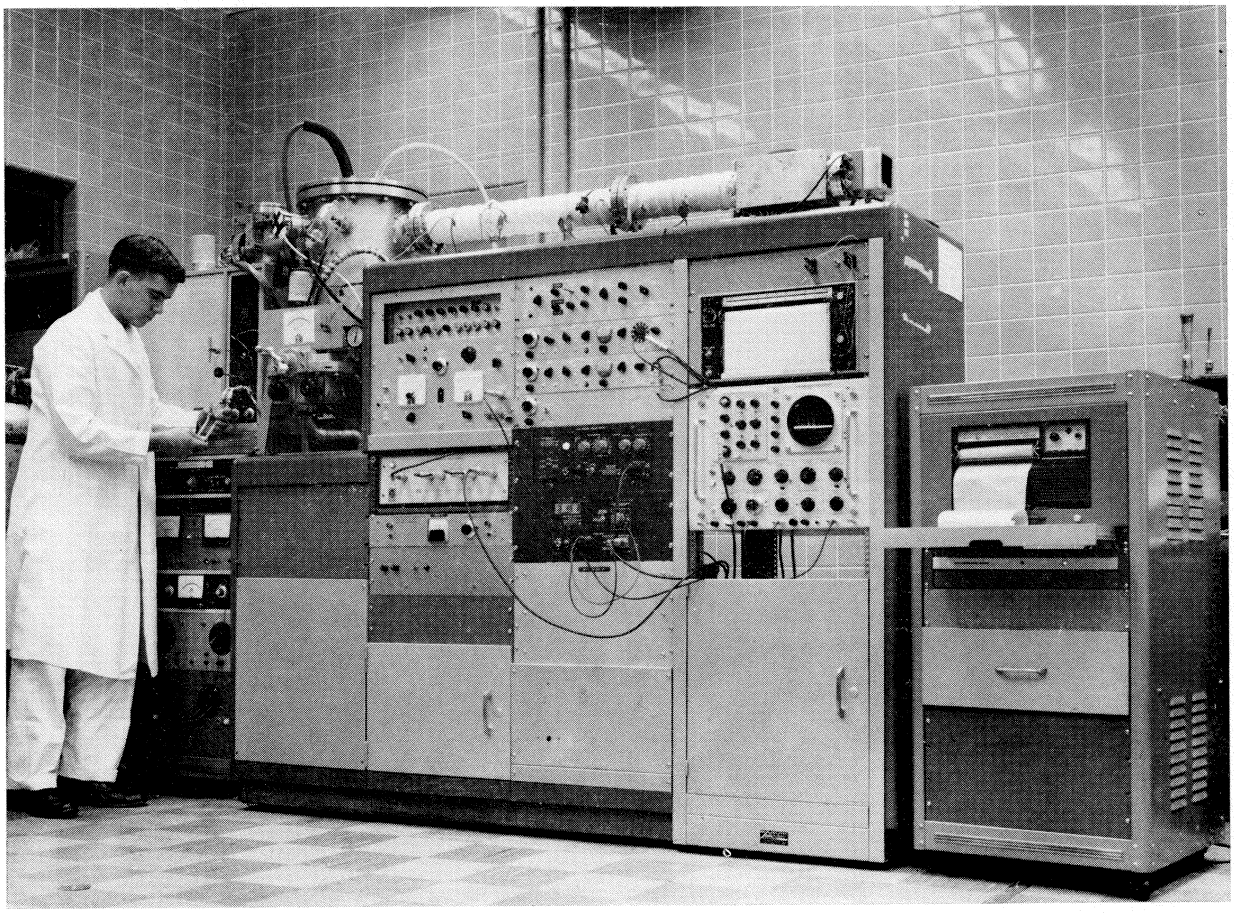


Fig. 5. — *Block diagram of the combined gas chromatograph-mass spectrometer analysis system*

Fig. 6. — *Photograph of combined gas chromatograph rapid scanning mass spectrometer analysis system (operator is attaching sampling tube to gas chromatograph inlet)*

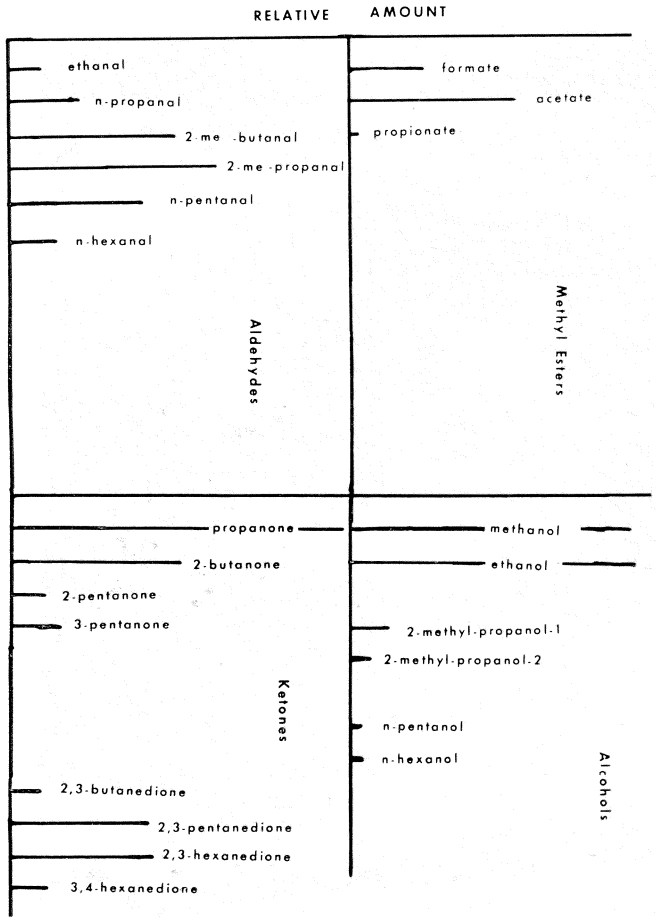


RESULTS AND DISCUSSION

Utilizing the procedures described above, 56 compounds were identified in the head-space, center-cut and water fractions from a one pound vacuum packed can of coffee. The coffee used was a « high roast » coffee containing a blend of Columbian, Mara and Mocha beans. A listing of the compounds found appears in Table 1. It is believed that the compounds marked with an asterisk are being reported for the first time. The relative concentration of some of the various functional group type compounds is depicted in Figure 7.

The task of elucidating precise qualitative and quantitative data for the many commercial coffee types is formidable. Regional growing conditions in coffee-producing countries and regional taste preferences in coffee-using countries result in a variety of coffee types, all of which manifest organoleptic and chemical differences.

Fig. 7. — *Graph showing relative amount of some of the more abundant compounds found in coffee aroma samples*



Ideally and realistically a program to investigate the flavor of natural products must incorporate organoleptic evaluation with the chemical methods being employed, otherwise there is no assurance that what is « detectable » is significant to flavor. Therefore, in presenting these data of compounds identified in coffee it is neither presumed that each component is flavorfully significant nor that all the significant compounds could be elucidated by the techniques employed.

TABLE 1. — **Compounds identified in coffee aroma**

Hydrocarbons
Methane*
a Butene
n-Pentane
a Pentene
a Pentadiene
Isoprene
a Hexene
a Hexadiene
Benzene
Toluene
an Octane*
an Octene*
an Octyne*
a Dimethyl Benzene
Ethyl Benzene
1,2-Dihydro Toluene*
n-Nonane

Esters
Methyl Formate
Methyl Acetate
Methyl Propionate
Ethyl Acetate

Ketones
Acetone
Methyl Ethyl Ketone
Methyl Propyl Ketone *
Diethyl Ketone*
Diacetyl
Dimethyl Diketone*
Methyl Isopropyl Ketone*

Aldehydes
Acetaldehyde
Propionaldehyde
Butyraldehyde
Isobutyraldehyde
2-Methyl Butyraldehyde
n-Valeraldehyde
n-Hexaldehyde*
Furfural
2 (β Propenal) Furan*

Alcohols
Methanol
Ethanol
Isobutanol*
tert-Butanol*
2-Methyl-2-Butanol*
n-Pentanol
n-Hexanol

S containing
Carbon Disulfide
Dimethyl Sulfide
Dimethyl Disulfide
Thiophene

O containing
Furan
2-Methyl Furan
Dimethyl Furan
a Propyl Furan

N Containing
Pyridine
N-Methyl Pyrrole
Dimethyl Pyrrole
N-n-Butyl Pyrrole

* First Reported Identification in Coffee.

However, there is general need in the coffee industry for a system to monitor the complex processes of roasting, and to establish quality control criteria for the finished market product. The more precise production controls become, the more precise techniques of analysis must be in order to give valuable results.

The combination of gas chromatography and mass spectrometry functions in this respect as a highly effective technique for separation and identification of the members of complex mixtures encountered.

ACKNOWLEDGMENT

The authors gratefully acknowledge the assistance of Maurice L. BAZINET and David J. McADOO in obtaining and interpreting the mass spectra.

BIBLIOGRAPHY

1. MERRITT, Charles, Jr., BAZINET, M. L., SULLIVAN, J. H. and ROBERTSON, D. H. — *J. Ag. Food Chem.*, **11**, 152 (1963).
2. FORSS, D. A., BAZINET, M. L. and SWIFT, S. M. — *J. Gas Chrom.*, **2**, 134 (1964).
3. BAZINET, M. L. and WALSH, J. T. — *Rev. Sci. Instr.*, **31**, 346 (1960).
4. MERRITT, C., Jr., ANGELINI, P., BAZINET, M. L. and McADOO, D. J. — *in* Advances in Chemistry Series, Monograph on Flavor Chemistry, I. Hornstein, Ed. — In Press.
5. MERRITT, Charles, Jr., WALSH, J. T., ISSENBERG, P. and McCARTHY, K. J. — *J. Gas Chrom.*, **2**, 314 (1964).
6. MERRITT, C., Jr., WALSH, J. T., FORSS, D. A., ANGELINI, P. and SWIFT, S. M. — *Anal. Chem.*, **36**, 1502 (1964).
7. MERRITT, C., Jr. and WALSH, J. T. — *Anal-Chem.*, **35**, 110 (1963).

MERRITT (C. Jr.), ROBERTSON (D. H.). — **L'identification des composés volatils dans le café torréfié moulu au moyen de la chromatographie en phase gazeuse et de la spectrométrie de masse.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 183-190, fig., tabl., réf.

L'usage combiné de la chromatographie en phase gazeuse et d'un spectromètre de masse a permis l'identification de plusieurs composés volatils présents dans le café torréfié moulu. Les composés volatils sont distillés à la température ambiante, sous vide poussé, et condensés dans un récipient immergé dans de l'azote liquide. Des températures basses et la distillation sous vide poussé sont employées pour un premier fractionnement du mélange. Les fractions sont alors séparées en composants simples ou en mélanges simples, binaires ou ternaires, au moyen d'une colonne chromatographique reliée directement à l'orifice d'admission d'un spectromètre de masse à haute fréquence. Les séparations par chromatographie en phase gazeuse sont exécutées selon un programme de températures allant de — 180 °C à + 250 °C. Les spectres de masse des composants obtenus par élution sont contrôlés visuellement avec un oscilloscope et enregistrés par un enregistreur oscillographique. Le système combiné constitue une méthode extrêmement sensible pour l'analyse des constituants des composés volatils. Les résultats d'analyses de différentes sortes de café sont présentés.

MERRITT (C. Jr.), ROBERTSON (D. H.). — **The identification of the volatile compounds in ground roasted coffee by gas chromatography and mass spectrometry.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 183-190, fig., tabl., réf.

The use of a gas chromatograph combined with a mass spectrometer has led to the identification of many of the volatile compounds present in ground roasted coffee. The volatile compounds are collected by distillation under high vacuum at room temperature into a receiver at liquid nitrogen temperature. Low temperature, high vacuum distillation techniques are employed for gross fractionation of the mixture. The fractions are then separated into individual components or simple binary or ternary mixtures on a gas chromatography column which is attached directly to the inlet of a rapid scanning mass spectrometer. The gas chromatographic separations are accomplished by wide range temperature programming from — 180 °C to + 250 °C. Mass spectra of eluted components are monitored visually with an oscilloscope and recorded, when appropriate, on an oscillograph recorder. The combined system provides an extremely sensitive method for analyzing the composition of the volatile products. The analyses of various types of coffee blends are given.

MERRITT (C. Jr.), ROBERTSON (D. H.). — **Die Charakterisierung der im gemahlenen Röstkaffee befindlichen flüchtigen Bestandteile durch Gaschromatographie und Massenspektrometrie.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 183-190, fig., tabl., réf.

Die Verwendung eines Gaschromatographen in Verbindung mit einem Massenspektrometer hat zur Charakterisierung vieler flüchtiger Bestandteile gemahlenem Röstkaffee geführt. Die flüchtigen Bestandteile werden im Hochvakuum bei der umgebenden Temperatur destilliert und bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffes in einer Kühlgefäss gesammelt. Tieftemperatur- und Tiefvakuummethoden werden zur groben Trennung der Mischung angewandt.Die Fraktionen werden dann in einfache Bestandteile oder einfache binäre oder ternäre Mischungen auf einer gaschromatographischen Kolonne getrennt, die direkt mit einem Kurz-Zeit-Massenspektrometer verbunden ist. Die gaschromatographischen Trennungen werden durch Temperaturprogrammierung in dem weiten Bereich von — 180 °C bis + 250 °C erreicht. Die Massenspektren werden an einem Oszillographen beobachtet und zur gegebenen Zeit registriert. Das kombinierte System stellt eine ausserordentlich empflindliche Methode zur Analyse der flüchtigen Bestandteile dar. Die Ergebnisse der Analysen verschiedener Kaffeesorten sind gegeben.

MERRITT (C. Jr.), ROBERTSON (D. H.). — **Identificación de los compuestos volátiles en el café tostado molido mediante la cromatografía en fase gaseosa y la espectrometría de masa.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 183-190, fig., tabl., réf.

El uso combinado de la cromatografía en fase gaseosa y de un espectrómetro de masa ha permitido la identificación de varios compuestos volátiles presentes en el café tostado molido. Los compuestos volátiles se destilan a la temperatura ambiente, bajo vacío fuerte, y se condensan en un recipiente inmergido en nitrógeno líquido. Para un primer fraccionamiento de la mezcla se utilizan emperaturas bajas y destilación bajo vacío fuerte. Entonces se separan las fracciones en componentes simples o en mezclas simples, binarias o ternarias, mediante una columna cromatográfica directamente unida al orificio de admisión de un espectrómetro de masa de alta frecuencia. Las separaciones mediante cromatografía en fase gaseosa se ejecutan siguiendo un programa de temperaturas cuyos extremos son — 180 °C y + 250 °C. Los espectros de masa de los componentes obtenidos mediante elución se controlan visualmente con un osciloscopio y se registran con un oscilógrafo. El sistema combinado constituye un método muy sensible para el análisis de las substancias que constituyen los compuestos volátiles. Se presentan los resultados de análisis de varias clases de café.

MERRITT (C. Jr.), ROBERTSON (D. H.). — **Identificação dos compostos voláteis no café torrado e moído por meio da cromatografia em fase gasosa e da espectrometria de massa.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 183-190, fig., tabl., réf.

O uso combinado da cromatografia em fase gasosa e do espectrómetro de massa permitiu a identificação de vários compostos voláteis do café torrado e moído.

Os compostos voláteis são distilados à temperatura ambiente, sob vácuo, e condensados num recipiente mergulhado em azoto líquido. Para um primeiro fraccionamento da mistura, usam-se temperaturas baixas e a destilação no vácuo. As fracções são então separadas em componentes simples ou em misturas simples, binárias ou ternárias, por intermédio de uma coluna cromatográfica, ligada directamente ao orifício de admissão de um espectrómetro de massa de alta frequência.

As separações por cromatografia em fase gasosa são executadas segundo um programa de temperaturas desde — 180 °C até + 250 °C. Os espectros de massa dos componentes obtidos por elução são controlados visualmente com um osciloscópio e registados por um registador oscilográfico. O sistema combinado constitui um método extremamente sensível para a análise dos constituintes dos compostos voláteis. São apresentados os resultados das análises de diferentes tipos de café.

MÖGLICHKEITEN ZUR VERBESSERUNG VON COFFEINHALTIGEM UND COFFEINFREIEM KAFFEE-EXTRAKT-PULVER, UNTER BERÜCKSICHTIGUNG EINES NEUEN TROCKNUNGSVERFAHRENS

F. ALBANESE
Birs Tecnica, Florence

Überall in kleinen oder grossen Betrieben, wo die Herstellung von Kaffee-Extrakt in Pulverform einen Teil der Produktion, oder sogar die Gesamtproduktion ausmacht, besteht von Seiten der Techniker und Kaufleute das Bestreben, einen löslichen Kaffee-Extrakt anzubieten, der — so weit wie möglich — dem Original-Röstkaffee in Geschmack und Aroma ähnlich ist.

In den letzten sechs Jahren hat sich die Zahl der Patente, die angeblich eine Verbesserung des Endproduktes erzielen sollten, enorm vergrössert. Viele dieser vorgeschlagenen Verbesserungen liegen auf dem Gebiet des Mahlens, des Extrahierens, der Aroma-wiedergewinnung, des Trocknens und der Aromatisierung des fertigen Kaffee-Pulvers. Von diesen umfangreichen patentierten Verfahren fanden nur wenige eine praktische Anwendung und wurden in das Fabrikationsverfahren eingegliedert. Hierunter fällt z. B. die Aromatisierung durch Versprühen des Kaffee-Oels auf das fertige Kaffee-Extrakt-Pulver. Andere Verfahren, wie z. B. die Auslaugung bei Temperaturen von ca. 100 °C., könnten potentiell eine gute Steigerung der Qualität anbieten. Jedoch wurden sie anscheinend bisher nicht in Betracht gezogen, da sie kaufmännisch gesehen nicht interessant waren. Hingegen wurden auf dem Trocknungsgebiet in den letzten zwei Jahren die ersten wesentlichen Schritte gemacht, die von den bisher klassischen angewandten Trocknungsverfahren abweichen. Alle diese Trocknungsverfahren stützen sich auf die Anwendung von niedrigen Temperaturen, wie z. B. das BIRS-Verfahren oder die Gefriertrocknung.

Jedoch nicht einmal das beste Trocknungsverfahren kann eine Verbesserung in dem fertigen Kaffee-Extrakt-Pulver aufweisen, wenn nicht alle Fragen — im Zusammenhang mit dem Extrahieren, der Ausbeute und nicht zuletzt auch der Qualität des Röstkaffees — mit grösster Sorgfalt behandelt werden. Eine Reihe anderer patentierten Verfahren haben sich in der Praxis nicht durchsetzen können und somit keinerlei Bedeutung erworben. Sie können manchmal sogar für eine konstruktive Arbeit auf diesem Sektor irreführend sein.

In unserer Arbeit — die eine ausgesprochen technologische Richtung hat — stellten wir uns zur Aufgabe, auf Grund unserer Erfahrungen, praktische Neuerungen bei der Extraktion und der Trocknung (hauptsächlich durch das BIRS-Verfahren) zu erreichen und infolgedessen ein überdurchschnittlich gutes Kaffee-Extrakt-Pulver herzustellen. Im Laufe der vorliegenden Arbeit werden — so weit dieses zulässlich ist — diese Verbesserungen bekannt gegeben.

VERSUCHE

Der Hauptzweck einer Reihe in unserer Versuchsanlage systematisch durchgeführter Versuche war **das Festlegen einer optimalen Ausbeute**, die, bei einer schonenden Trocknung des gewonnenen Kaffee-Dicksaftes in dem fertigen Kaffee-Extrakt-Pulver besonders zur Geltung kommen sollte. Wir haben mit einzelnen Kaffeesorten, sowie auch mit coffeinhaltigen und coffeinfreien Kaffee-Mischungen gearbeitet. Als Extraktionsverfahren — nach experimentellen Nachprüfungen drei grundsätzlicher Extraktionstechniken — haben wir die bekannte sechs-stufige Extraktion im Gegenstrom vorgezogen, wobei wir einen zweiphasigen Extraktionsvorgang mit zwei verschiedenen Temperaturbereichen eingeführt haben. Die erste Phase dieses Extraktionsvorganges wurde mit einer Batterie, aus sechs Extraktoren bestehend, durchgeführt.

Bei dieser ersten Phase des Vorganges liegt die Extraktionstemperatur zwischen 90-115 °C., während bei der zweiten Phase Extraktionstemperaturen zwischen 130-180 °C. angewandt wurden. Auch eine besondere Einteilung in verschiedene Fraktionen der erhaltenen Kaffee-Dicksäfte und darauffolgende getrennte Trocknung, wurde von uns mit gutem Ergebnis, in Bezug auf Qualität des fertigen Kaffee-Extraktes, eingeführt. Diese kombinierte Arbeitsweise, die oben allgemein geschildert wurde, gab uns die Möglichkeit aus derselben Kaffeesorte, bzw. Kaffeemischung, zwei unterschiedliche Ausbeuten und dementsprechend zwei verschiedene Qualitäten von Kaffee-Extrakt-Pulver herzustellen.

Die erste Ausbeute schwankte zwischen 26-28 %, wobei der erste Wert für coffeinfreie — oder für Kaffee mit niedrigem Extraktionsgehalt — und der zweite für coffeinhaltige Kaffeemischungen gilt. Die zweite Ausbeute schwankte zwischen 41-43 %, wobei sich auch in diesem Fall der erste Wert auf coffeinfreie und der zweite auf coffeinhaltige Kaffeemischungen bezieht. Die erste erreichte Ausbeute kann als optimal für die Anwendung einer schonenden Trocknung, d. h. bei Temperaturen von ca. 30 °C. und mittels trockener Luft, angenommen werden. Diese Ausbeute gibt einen Kaffee dessen Qualität, von der Verkaufsseite betrachtet, als « sehr gut » bezeichnet werden kann. Die zweite Ausbeute, die wir als « Extraktions-Nachlauf » bezeichneten, wird natürlich von ausschlaggebender Bedeutung für die gesamte Wirtschaftlichkeit des Herstellungsprozesses sein. Dies besonders in Hinsicht auf den höheren Preis des bearbeiteten Rohmaterials, die Anlage-Investitionsunkosten und nicht zuletzt, auf die heutige Preislage für Kaffee-Extrakt-Pulver auf dem internationalen Markt. Man kann, wenn man praktisch denkt, auf diese höhere Ausbeute nicht verzichten. Auch bei dieser zweiten Qualität sind durch besondere technische Verfahrensmassnahmen, wie nachstehend berichtet, Verbesserungen zu erzielen.

Ein weiteres führendes Kriterium für das Erhalten der ausgeprägten guten « Flavour-Merkmale » des fertigen Kaffee-Extrakt-Pulvers war, während unserer Versuche eine möglichst hohe Sprühkonzentration für den zu trocknenden Kaffee-Dicksaft zu erreichen. Diese Sprühkonzentration, d.h. der prozentuale Gehalt an löslichen Bestandteilen in der gewonnenen Kaffee-Lösung, sollte bei der ersten Ausbeute nicht weniger als 30 % betragen und es war uns möglich, durch die oben beschriebene eingeführte Einteilung in Fraktionen, bis aus 32 % zu kommen. Bei der zweiten höheren Ausbeute schwankte diese Sprühkonzentration, während unserer Versuche, zwischen 12-14 %, wobei an dieser Stelle zu erwähnen ist, dass die negative Auswirkung auf den fertigen Kaffee-Extrakt, infolge des niedrigeren Gehaltes an löslichen Bestandteilen in dem zu trocknenden Kaffee-Dicksaft, wesentlich kleiner bei Trocknungen mit niedriger Temperatur, als bei Trocknung mit höheren Temperaturen, gehalten werden kann. Bei Durchführung des Trocknungsprozesses nach dem BIRS-Verfahren wird, ausser den bekannten Vorteilen von stufenweisem Wasserentzug des zu trocknenden Kaffee-Dicksaftes in einem grossen Turm bei niedriger Temperatur, noch besondere Aufmerksamkeit der Bildung von grösseren Kaffee-Dicksaft-Teilchen mit dicken Wänden bei dem Versprühen geschenkt. Diese grösseren Teilchen haben, pro Gewichtseinheit, eine kleinere Oberfläche als die kleineren Teilchen. Dieses hat eine starke Herabsetzung der Verluste an Aromabestandteilen zur direkten Folge, im Vergleich zu Verfahren, die mit höheren Temperaturen und anderen Sprüheinrichtungen arbeiten. Unter diesen Sprühbedingungen werden in dem Kaffee-Extrakt-Pulver Teilchengrössen erreicht, die einen durchschnittlichen Durchmesser von 200 — 250 mikron haben und eine schwammartige, poröse Wandstruktur besitzen. Um weitere qualitative Verbesserungen in den, aus den beiden oben erwähnten Ausbeuten gewonnenen Kaffee-Extrakt-Pulver, zu erreichen, haben wir die zwei folgenden **Aromatisierungsverfahren** angewandt :

A. — Die aromatischen Gase, die während des Mahlens des Röstkaffees frei geworden sind, werden während des Trocknungsvorganges in den Trocknungsturm eingeführt.

B. — Eine bestimmte Menge eines, nach der unten beschriebenen Arbeitsweise erhaltenen hocharomatischen Kaffee-Extrakt-Pulvers, wird dem gewonnenen Kaffee-Extrakt-Pulver hinzugefügt.

Das Verfahren « A » kann im BIRS-Turm besonders zur Geltung kommen, denn beim Versprühen und Trocknen mit niedrigen Temperaturen bleiben dort die Ad- und Absorptions-Kräfte der Kaffeedicksaft-Teil-

chen besonders aktiv und nehmen die eingeführten Aroma-Gase zum grössten Teil auf.

Das Verfahren « B » wurde in unserem Laboratorium entwickelt und besteht aus der Bildung einer Emulsion aus Kaffee-Oel (dieses Oel wurde aus dem Röstkaffee durch Auspressen bei 600 atü gewonnen) und einer stark konzentrierten (55-65 %) Kaffeedicksaft-Lösung. In dieser Emulsion wird das Kaffee-Oel von den Kaffee-Bestandteilen durch einen Solvatations-Effekt eingeschlossen. Nach dem Emulsionsvorgang wurde das Gemisch Kaffeeoel/Kaffeedicksaft nach dem BIRS-Verfahren getrocknet. Wir konnten mikroskopisch feststellen, dass die Kaffee-Oel-Partikel in dem Kaffee-Dicksaft und in den resultierenden, getrockneten Kaffee-Teilchen, wie verkapselt erscheinen (*).

Man konnte daraus schliessen, dass der Solvatations-Effekt, der durch die Emulsion erzielt wurde, auch während der Trocknung bewahrt wird. Das fertige, hocharomatische Pulver wurde in Mengen von 10 % zu dem Kaffee-Extrakt-Pulver, welches aus der ersten, niedrigeren Ausbeute gewonnen wurde, und in Mengen von 20 % zu dem aus der zweiten, höheren Ausbeute, hinzugemischt.

In Bezug auf das in der letzten Zeit entwickelte Aroma-Mikroverkapselungsverfahren, hat die neue ausgearbeitete Methode zwei Hauptvorteile, und zwar erstens wird als Kapselmaterial kein dem Kaffee fremdes Material gebraucht und zweitens werden für die Härtung der Mikrokapseln keine chemischen Mittel benötigt.

In Bezug auf die Aromatisierung durch Aufsprühen des Kaffee-Oels auf den fertigen Kaffee-Extrakt, liegt der Vorteil der neuen Methode in der wichtigen Tatsache, dass das Kaffee-Oel mit seinen aromatischen Bestandteilen in den Kaffee-Teilchen eingeschlossen ist und nicht, wie in anderen Fällen, auf der grossen, vorhandenen Oberfläche der Kaffee-Partikel in ungeschütztem Zustand verteilt und somit, nach dem ersten Öffnen der Kaffee-Büchse, leicht flüchtig und der Luftsauerstoff-Einwirkung ausgesetzt ist.

An dieser Stelle möchten wir, auch wenn es ein wenig vom Thema abschwenkt, anregen, dass **eine bessere und klarere Bezeichnung auf der Verpackung von Kaffee-Extrakt-Pulver, durch eine EWG-Regelung,** geschaffen wird. Diese Bezeichnung sollte grundsätzlich den Unterschied zwischen zwei Hauptqualitäten angeben. In der ersten dieser beiden Qualitäten sollten die Verhältnisse zwischen den Kaffeebestandteilen und die Verhältnisse, die normalerweise in den nach Haushaltsmethode hergestellten Kaffee-Aufgüssen vorhanden sind, gleich sein. In der zweiten Qualität können diese Verhältnisse innerhalb bestimmter Grenzen variiert werden, wobei die Variationen hauptsächlich auf die überschüssige Menge der Kohlenhydrate und Aminosäuren, die aus dem Hydrolysenvorgang geschaffen werden, zurückzuführen sind. Die Einführung dieser Bezeichnung könnte, unserer Meinung nach, den Verbrauch an Kaffee-Extrakt-Pulver noch weiter steigen lassen, denn der Verbraucher hat somit die Garantie, dass das von ihm gekaufte Produkt, durch die entsprechenden Untersuchungsamter kontrolliert worden ist.

Abschliessend möchten wir erwähnen, dass **die Wirtschaftlichkeit der Herstellung von Kaffee-Extrakt ohne weiteres verbessert werden kann**, wenn der, aus der Extraktion zurückbleibende, ausgelaugte Kaffeesatz weiter benutzt wird. Es gibt auf diesem Gebiet zwei Möglichkeiten :

a) Verbrennung des bis auf 25 % RF getrockneten Kaffeesatzes ;

b) Chemische Behandlung des Kaffeesatzes zur Gewinnung u.a. von Fetten, Fett-Säuren, Aminosäure-Gemischen und aktiver Kohle (1).

Die Verbrennung des getrockneten Kaffeesatzes in einer Kaffee-Anlage, deren Kapazität 8-10 ton. täglich Kaffee-Extrakt-Pulver beträgt, kann ca. 100 % des benötigten Heizoeles für die Erwärmung des Extraktionswassers ersetzen. Für die Verbrennung des Kaffeesatzes ist ein relativ kleiner Apparate-Aufwand erforderlich, und zwar eine Schneckenpresse zur Herabsetzung des Feuchtigkeitgehaltes von 75 auf 50 %, ein Trockner zur Herabsetzung der Feuchtigkeit von 50 auf 25 % und eine besondere Verbrennungseinrichtung für den jeweiligen Kessel, in dem der Kaffeesatz verbrannt werden soll. Dieses Verbrennungsverfahren ist bereits in einigen grossen amerikanischen und europäischen Betrieben angewandt worden.

Die Gewinnung von Fetten, Fett-Säuren, Aminosäure-Gemischen und aktiver Kohle durch chemische Behandlung des Kaffeesatzes ist, unseres Wissens nach, in der industriellen Praxis noch nicht eingeführt. Jedoch ist dieser zweite Weg, nach unseren Erfahrungen, ohne weiteres in Zukunft technisch und wirtschaftlich zu realisieren.

In einer von uns geplanten und bereits gebauten Industrie-Anlage — I.D.I.T., S.p.A., Isola Tressa (Siena), Italien — die ausschliesslich in Lohnveredelung Kaffee-Extrakt-Pulver — besonders für ausländische Firmen — nach dem BIRS-Verfahren produzieren wird, werden möglichst viele der von uns oben erwähnten technischen Verbesserungen, in einem regelmässigen Produktionsprogramm, eingeführt. Diese Anlage hat eine tägliche Kapazität von ca. 10 ton. Kaffee-Extrakt-Pulver und wird demnächst in Betrieb gesetzt werden.

(*) Wurde bereits zum Patent angemeldet.

(1). BARBERA (C. E.). — « Utilisation du marc de café ». *Café, Cacao, Thé*, vol. IX, n° 3, 1965.

ALBANESE (F.). — **Possibilités d'amélioration de l'extrait de café en poudre avec caféine et décaféiné, grâce à un nouveau procédé de séchage.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 191-196.

Dans toutes les exploitations, grandes ou petites, où le café en poudre représente une partie de la production ou même toute la production, les services techniques et commerciaux s'efforcent de fabriquer du café soluble semblable au café torréfié original, dans toute la mesure du possible, quant à l'arôme et au goût.

Depuis six ans, le nombre de brevets qui visent en principe à améliorer la qualité du produit final a considérablement augmenté. Les améliorations proposées concernaient surtout la mouture, l'extraction, la récupération de l'arôme, le séchage et l'aromatisation du café en poudre ; quelques-unes seulement ont été mises en pratique et incorporées dans le procédé de fabrication ; c'est le cas de l'aromatisation par pulvérisation d'huile de café sur le café en poudre. D'autres procédés, comme la lixiviation à 100 °C environ, pourraient théoriquement améliorer la qualité ; pourtant, jusqu'ici, ils n'ont apparemment pas été pris en considération, car ils ne sont pas intéressants commercialement. Par contre, depuis deux ans, des progrès notables ont été enregistrés dans les procédés de séchage, ces procédés diffèrent des procédés classiques et sont basés sur l'utilisation de températures basses (procédé Birs, séchage par lyophilisation). Mais en aucun cas, le meilleur procédé de séchage ne peut améliorer la qualité du produit final, si tous les problèmes concernant l'extraction du café, et sans omettre ses rapports avec la qualité du café torréfié, ne sont pas examinés avec le plus grand soin. D'autres procédés brevetés n'ont pas eu d'application pratique et sont sans signification ; ils peuvent même induire en erreur au cours d'études constructives dans ce domaine.

Dans nos travaux, axés essentiellement sur la technologie, nous nous sommes proposés d'apporter des modifications pratiques à l'extraction et au séchage (surtout par le procédé Birs) et par suite, de fabriquer un café soluble supérieur à la moyenne. Ces travaux ont été en partie divulgués. La question de la qualité du café en poudre, qui dépend du rendement réalisé à l'extraction, est en outre discutée.

La rentabilité de la fabrication de l'extrait de café peut être élevée, même avec les rendements inférieurs atteints généralement, si on produit à partir du même mélange de café torréfié, et peut-être aussi dans le même processus d'extraction, deux qualités différentes : une qualité très aromatique et une qualité courante. Pour cette dernière, la « queue » (fraction hydrolysée en dernier au cours du processus d'extraction) doit être utilisée. Il serait souhaitable que, grâce à une loi dans le marché commun, une classification des qualités d'extraits de café soit établie ; elle tiendrait compte du rendement atteint et du mélange de café original et serait indiquée sur l'emballage de façon visible pour le consommateur. La rentabilité de la fabrication de l'extrait de café peut en outre être améliorée par une mise en valeur industrielle du marc de café, qui se dépose lors de l'extraction.

ALBANESE (F.). — **Possibilities of improvement of coffee extract powder containing caffeine or free of caffeine by a new drying process.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 191-196.

In all the large or small factories where soluble coffee represents a part of the production or even the whole production, the technical and commercial departments endeavour to manufacture instant coffee as similar as possible to the original roasted coffee, with regard to aroma and taste.

For six years, the number of patents, which theoretically aim to improve the quality of the final product, has enormously increased. The proposed improvements have concerned grinding, extraction, aroma recovery, drying and aromatization of the coffee powder ; only a few ones have been put into practice and incorporated into the manufacture process ; one is the case of aromatization by spraying with coffee oil the coffee extract powder. Other processes, such as the leaching at about 100 °C, might theoretically improve the quality ; however up till now they have not apparently been taken into consideration, for they are not commercially interesting. On the other hand, for two years, great strides have been made as far as drying processes are concerned ; these processes are different from the standard processes and are based on the utilization of law temperatures (Birs' process, freeze-drying). But even the best drying process cannot improve the quality of the final product, if all the problems concerning coffee extraction (and without omitting its relation to the quality of the roasted coffee) are not examined with great care. Other patented processes have not had a practical application and have no signification ; they may even lead to errors in the course of constructive studies in this field.

In our investigations, centered essentially on technology, we intended to bring about practical modifications in extraction and drying (chiefly through the Birs' process) and consequently to manufacture a soluble coffee superior to the standard quality. The results of this work were partly published. The question of the quality of the coffee powder, which depends on the efficiency of the extraction process is also discussed.

The manufacture of coffee extract may be very profitable, even with the lower yields generally obtained, if two different qualities are produced from the same blend of roasted coffees and perhaps also by the same extraction process : a very aromatic quality and a standard quality. For the latter, the fraction hydrolysed at the end of the extraction process has to be used. It would be desirable that, by means of a law in the Common Market, a classification of the grades of coffee extracts should be established ; it would take into account the rate of extraction and the processed roasted coffee blends and would be visibly indicated on the package. Furthermore, earnings from manufacturing coffee extract may be increased by an industrial use of coffee grounds, which deposit in the course of the extraction.

ALBANESE (F.). — **Möglichkeiten zur Verbesserung von coffeinhaltigem und coffeinfreiem Kaffee-Extrakt-Pulver, unter Berücksichtigung eines neuen Trocknungsverfahrens.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 191-196.

Überall in kleinen oder grossen Betrieben, wo die Herstellung von Kaffee-Extrakt in Pulverform einen Teil der Produktion, oder sogar die Gesamtproduktion, ausmacht, besteht von Seiten der Techniker und Kaufleute das Bestreben, einen löslichen Kaffee-Extrakt anzubieten, der, so weit wie möglich, dem originalen Röstkaffee in Geschmack und Aroma ähnlich ist.

In den letzten sechs Jahren hat sich die Zahl der Patente, die angeblich eine Verbesserung des Endproduktes erzielen sollten, enorm vergrössert. Viele dieser vorgeschlagenen Verbesserungen liegen auf dem Gebiet des Mahlens, des Extrahierens, der Aromawiedergewinnung, des Trocknens und der Aromatisierung des fertigen Kaffee-Pulvers. Von diesen umfangreichen, patentierten Verfahren fanden nur wenige eine praktische Anwendung und wurden in das Fabrikationsverfahren eingegliedert. Hierunter fällt z. B. die Aromatisierung durch Versprühen des Kaffee-Oels auf das fertige Kaffee-Extrakt-Pulver. Andere Verfahren, wie z. B. die Auslaugung bei Temperaturen von ca. 100 °C., könnten potenziell eine gute Steigerung der Qualität anbieten. Jedoch wurden sie anscheinend bisher nicht in Betracht gezogen, da sie kaufmännisch gesehen nicht interessant sind. Hingegen wurden auf dem Trocknungsgebiet in den letzten zwei Jahren die ersten wesentlichen Schritte gemacht, die von den bisher klassischen angewandten Trocknungsverfahren abweichen. Alle diese Trocknungsverfahren stützen sich auf die Anwendung von niedrigen Temperaturen, wie z. B. das Birs-Verfahren oder die Gefriertrocknung. Jedoch nicht einmal das beste Trocknungsverfahren kann eine Verbesserung in dem fertigen Kaffee-Extrakt-Pulver aufweisen, wenn nicht alle Fragen — im Zuzammenhang mit dem Extrahieren der Ausbeute und nicht zuletzt auch der Qualität des Röstkaffees — mit grösster Sorgfalt behandelt werden. Eine Reihe anderer patentierten Verfahren haben sich in der Praxis nicht durchsetzen können und somit keinerlei Bedeutung erworben. Sie können manchmal sogar irreführend sein für eine konstruktive Arbeit auf diesem Sektor.

In unserer Arbeit — die eine ausgesprochen technologische Richtung hat — stellten wir uns zur Aufgabe auf Grund unserer Erfahrungen praktische Neuerungen bei der Extraktion und der Trocknung (hauptsächlich durch das Birs-Verfahren) zu erreichen und infolgedessen ein überdurchschnittlich gutes Kaffee-Extrakt-Pulver herzustellen. Im Laufe der vorliegenden Arbeit werden — so weit dieses zulässlich ist — diese Verbesserungen bekannt gegeben. Weiterhin wird die Frage der Qualität des Kaffee-Extrakt-Pulvers in Abhängigkeit der erzielten Extraktionsausbeute diskutiert.

Die Wirtschaftlichkeit der Kaffee-Extrakt-Herstellung kann — auch bei niedrigerer Ausbeute als allgemein erreichbar — trotzdem gut sein, wenn aus der gleichen Röstkaffee-Mischung, und möglicherweise auch in demselben Extraktionsvorgang, zwei verschiedene Qualitäten, d. h., eine hoch-aromatische und eine sog. Verbraucher-Marke, produziert werden. Für diese sog. Verbraucher-Marke sollte der « Nachlauf », d. h. die weitgehend hydrolisierte Fraktion aus dem Extraktionsvorgang benutzt werden. Es wäre wünschenswert, dass durch ein EWG-Gesetz eine Klassifizierung der angebotenen Kaffee-Extrakt-Qualität erreicht wird. Diese Klassifizierung bezieht sich auf die erreichte Ausbeute und die Originalkaffee-Mischung und sollte auf der Verpackung, für den Verbraucher sichtbar angebracht werden. Die Wirtschaftlichkeit der Kaffee-Extrakt-Herstellung kann weiterhin verbessert werden durch eine zusätzliche, industrielle Auswertung des Kaffeesatzes, der bei der Extraktion zurückbleibt.

ALBANESE (F.). — **Posibilidades de mejoramiento del extracto de café en polvo con cafeina y decafeinado, gracias a una técnica nueva de desecación.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 191-196.

En todas las explotaciones, grandes o pequeñas, en las cuales el café en polvo representa una parte de la producción o aún toda la producción, los servicios técnicos y comerciales se esfuerzan por fabricar, dentro de los límites de lo posible, un café soluble análogo al café tostado original, en lo tocante al aroma y gusto.

Durante los últimos seis años ha aumentado considerablemente el número de patentes de invención destinadas a mejorar la calidad del producto final. Tratábase sobre todo de mejorar la molienda, la extracción, la recuperación del aroma, la desecación y la aromatización del café en polvo ; sólo algunas técnicas se aplicaron y se incorporaron en el proceso de fabricación ; entre ellas puede citarse la técnica de aromatización mediante pulverización del café en polvo con aceite de café. Otras técnicas como la lixiviación a 100 °C aproximadamente podrían teóricamente mejorar la calidad ; sin embargo, hasta hoy no se tomaron en consideración dichas técnicas, ya que no presentan interés desde el punto de vista comercial. Más durante los últimos dos años se observaron progresos muy importantes en el campo de las técnicas de desecación ; las nuevas técnicas difieren de las clásicas y se basan sobre la utilización de temperaturas bajas (método Birs, desecación mediante liofilización). Pero en ningún caso la técnica de desecación puede mejorar la calidad del producto final si no se examinan con el mayor cuidado todos los problemas concernientes a la extracción del café, sin omitir sus relaciones con la calidad del café tostado. Otras patentes no hallaron aplicación práctica y carecen de significación ; además pueden hacer caer en yerro durante los estudios constructivos desarrollados en este campo.

Con nuestros trabajos orientados esencialmente hacia la tecnología, quisimos hallar unas modificaciones prácticas en las técnicas de extracción y desecación (sobre todo con el método Birs) para poder fabricar un café soluble superior al corriente. Dichos resultados se divulgaron en parte. Se examina además la cuestión de la calidad del café en polvo que depende del rendimiento obtenido en la extracción.

La rentabilidad de la fabricación del extracto de café puede aumentarse, aun con los rendimientos inferiores que se obtienen generalmente, si se producen dos calidades diferentes a partir de la misma mezcla de café tostado y tal vez también con el mismo procedimiento de extracción : una calidad muy aromática y una calidad corriente. Para la última debe utilizarse la « cola » (fracción hidrolizada al final del procedimiento de extracción). Sería de desear que, mediante una ley promulgada en los países del mercado común, se desarrollará una clasificación de las calidades de extractos de café ; dicha clasificación tendría en cuenta el rendimiento alcanzado y la mezcla de café original y se indicaría de modo evidente sobre el embalaje de modo a ser vista por el consumidor. Puede además mejorarse la rentabilidad de la fabricación del extracto de café valorando, con un tratamiento industrial, el poso de café recogido después de la extracción.

ALBANESE (F.). — **Possibilidades de melhorar o extracto de café em pó, com cafeína e sem cafeína, graças a um novo processo de secagem.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 191-196.

Em todas as explorações, grandes ou pequenas, onde o extracto de café em pó representa uma parte da produção ou mesmo toda a produção, os serviços técnicos e os comerciais esforçam-se por fabricar café solúvel semelhante no aroma e no paladar ao café torrado original.

Nos últimos seis anos, o número de patentes que tem por objectivo melhorar a qualidade do produto final, aumentou consideràvelmente. Os melhoramentos propostos referem-se principalmente à moenda, à extracção, à recuperação do aroma, à secagem e à aromatização do café em pó. Sómente alguns foram postos em prática e incorporados ao processo de fabrico, tal é o caso da aromatização por pulverização de óleo do café sobre o extracto em pó. Outros processos, como a lixiviação a cerca de 100 °C, poderiam teóricamente melhorar a qualidade. No entanto, até aqui não foram aparentemente tomados em consideração por não apresentarem interesse comercial. Pelo contrário, desde há dois anos foram registados progressos notáveis nos processos de secagem, que foram adoptados e diferem dos processos clássicos por se basearem na utilização de baixas temperaturas (processo Birs, secagem por liofilização). Mas em caso algum o processo de secagem pode melhorar a qualidade do produto final, se todos os problemas respeitantes á extracção do café, sem omitir as suas relações com a qualidade do café torrado, não forem examinados com o maior cuidado. Outros processos patenteados não tiveram aplicação prática nem significado ; podem mesmo induzir em erro no decurso de estudos construtivos neste aspecto.

Nos nossos trabalhos, visando essencialmente a tecnologia, propusemos introduzir modificações práticas na extracção e na secagem (sobretudo pelo processo Birs) para fabricar extracto de café em pó supérior ao corrente.

Estes trabalhos foram em parte divulgados. Discute-se também a questão da qualidade do café em pó depender do rendimento à extracção.

A rentabilidade do fabrico de extractos de café, pode ser elevada, mesmo com os rendimentos inferiores normalmente atingidos, se se produzir a partir da mesma mistura de café torrado e, talvez, pelo mesmo processo de extracção, duas qualidades diferentes : uma muito aromática e outra corrente. Para esta última qualidade se utilizaria a « cauda » (fracção hidrolizada em último lugar no decurso do processo de extracção). Seria de toda a conveniência que uma legislação apropriada dentro de Mercado Comun estabelecesse a classificação das qualidades de extractos de café. Ela tomaria em conta o rendimento atingido e o lote de cafés original seria indicado sobre a embalagem, de forma bem visível, para o consumidor. A rentabilidade do fabrico do extracto de café pode ser melhorada por uma valorização industrial das borras de café que restam da extracção.

STABILIZATION OF COFFEE FLAVOR BY MICROENCAPSULATION

S. LEE *

Tea & Coffee Trade Journal, New York

The greatest and most obvious single deficiency of the coffee industry is the weakness and variability of the flavor of its product during consumption. A cup of coffee prepared by a housewife from a freshly opened can of coffee and consumed immediately will exhibit a high aroma level ; a cup of coffee imbibed by the same housewife an hour or two later at a restaurant or neighbor's afternoon bridge party may have a negligible aroma level. Yet both may be accepted without comment. The industry is extremely fortunate in having such a vast number of uncritical customers ; it is also fortunate in that no government standards have yet been established for the minimum amount of flavor required for a cup of coffee.

The industry is not wholly unaware of this flavor variation and deficiency and has made many serious efforts to deal with this problem. Loss of flavor due to aging has been reduced somewhat by better packing ; by more efficient distribution and rapid delivery ; and by more care in stock rotation and turnover. Loss of flavor due to atmospheric moisture and oxygen has been mitigated by vacuum packing, pressure packing and the more recent polyethylene reclosure features of hermetically sealed cans. Loss of flavor in instant coffee has been partially compensated by the feedback of coffee aroma oil to the finished product. But it remains an unfortunate truism that no matter how much coffee aroma is detected upon opening a can or jar, the quantity of coffee aroma in the cup still borders on the negligible.

Microencapsulation of coffee flavor thus merits the attention of all coffee men as a potential means for preserving and stabilizing the aroma in both instant and roasted coffee, and restoring the aroma to the position where it has the greatest value — in the cup !

The aromatic flavor factors of roasted coffee have been frequently isolated but never completely identified. They have been extracted from roasted coffee by organic solvents, liquid nitrogen, steam distillation and pressure. They have been characterized as a complex mixture of both oil and water soluble components present in varying concentrations. Various growths may be distinguished by the presence or absence of minute amounts of key compounds which can increase or diminish the value of the growth by as much as 100 %. Chemically, almost two hundred different organic compounds have been reported from various analyses of coffee aroma and probably an equal number remain unidentified. These flavor compounds are all organic in nature and have been determined to include alcohols, aldehydes, ketones, esters, ethers, volatile acids, mercaptans and other sulfur compounds, amines and other nitrogen compounds and many other classes.

Although a few of the components isolated from coffee carry a strong suggestion of coffee aroma when isolated, no single compound has ever found acceptance as a replacement for coffee flavor or for fortification of natural coffee. Alpha furfuryl mercaptan was at one time distributed as « coffee-captan » because of its similarity to a portion of the coffee aroma, but its obvious synthetic note made it repugnant to most consumers. **The prime characteristic of coffee aroma is that it is a blend of many organic flavor notes** ; and the absence of a single note or the presence of even a minute foreign character or slight excess of a normal component jars the harmony of the overall bouquet and signals to even undiscriminating consumers a warning that all is not right with their brew. Accordingly, attempts to make a synthetic coffee even under the stress of war time scar-

* Technical editor.

city have been repeatedly unsuccessful due to lack of a satisfactory flavor.

A second and equally significant key characteristic of coffee aroma is its **perishability.** The bouquet of freshly roasted, freshly ground, high quality coffee is one of the most delightful perfumes known to man. The retention of this bouquet has been one of the most difficult problems ever to face the food technologist and still remains largely unsolved. Every coffee roaster realizes that the brand could solve this problem and retain the pleasurable fresh coffee aroma for the duration of its usage would be fantastically successful and dominate its entire marketing area overnight. And if all brands could retain their fresh coffee aroma, the worldwide consumption of coffee could easily double.

The obvious answer to this problem is to capture the fresh coffee aroma as early as possible after roasting and protect it against deterioration. This, of course, is easier said than done. Capturing the fresh aroma is being accomplished regularly, now ; but the problem of its protection against deterioration remains to be solved. Extraction of the freshly roasted coffee with organic volatile solvents has been the subject of several patents. GILMORE found that he could obtain most of the desirable aromatic components of coffee by extracting with petroleum ether. Unfortunately, this extract always exhibited a slight kerosene taste which prevented its acceptance. More recently, I. M. REICH of Standard Brands has minimized this objection by patenting the use of fluorinated solvents such as the freons which are used in refrigeration. However, **pressure extraction** such as by using the Anderson expeller remains the method of choice.

By this procedure, the roasted coffee is subjected to a pressure of approximately fifty tons per square inch. Some operators advocate grinding the coffee before expelling it ; while others are equally successful using the whole roasted beans. If the beans have been quenched so that they contain a residual moisture content of approximately four to five per cent, they may be used without further treatment. If the moisture content is lower than this, steaming may be required for efficient operation. A large amount of frictional heat is developed during this treatment and the central shaft of the expeller must be water cooled.

The coffee oil is expressed out of peripheral slots one or two thousandths of an inch wide along the barrel of the machine. It carries with it solid coffee fines which should be screened or centrifuged out and the clarified oil cooled to room temperature. If it is not to be used immediately, it may be frozen for prolonged retention of aroma. Approximately half of the total oil content of the coffee is removed by this treatment ; so that for each hundred pounds of roasted coffee expelled, six to eight pounds of coffee oil are obtained.

This **coffee oil** is not all coffee aroma but consists largely of a pure vegetable salad oil in which the coffee aroma is dissolved. The advantage of this oil is that these coffee aroma components are present in their natural ratio so that the expressed oil exhibits all of the aromatic attributes of freshly ground coffee. If this aroma could be transmitted to the cup of brew, there would be few complaints of flavor deficiency either from percolated or instant coffee. Unfortunately, this aroma is rarely present in the cup of coffee as it is consumed.

These aroma components are highly perishable because several of the key components are extremely sensitive to normally innocuous influences. Ambient room temperature contains sufficient heat to vaporize the more volatile components and cause loss of aroma. The oxygen of the air is potent enough to oxidize important constituents to flavorless compounds. Moisture in the air on even a fairly dry day can hydrolyze some of the esters, acetals and ketals in coffee aroma to less flavorsome chemicals. It is to protect these delicate flavor components that microencapsulation offers some promise.

Encapsulation is an art that has been elevated to a high state of perfection by the pharmaceutical industry. In medieval days, when the efficacy of a medicinal preparation was deemed directly proportional to its nauseating qualities, little interest was evidenced in enclosing a medicament in an inert protective envelop. Gradually, physicians observed that patients recovered more quickly if more pleasant potions were administered and by the nineteenth century sugar coated pills, chocolate coated pills and gelatin coated pills were in vogue. In 1833, a French pharmacist conceived and patented an empty gelatin capsule which could be filled extemporaneously with any desired therapeutic agent. The gelatin film protects the agent from deterioration by atmospheric influences and protects the patient from the odor and flavor of the agent. Shortly after ingestion, the gelatin dissolves in the gastric juices and releases the full medicinal effect of its contents. It is not illogical to hope that hermetically sealed capsules of this nature might protect the aromatic components of expressed coffee oil from deteriorating influence of heat, oxygen, and moisture ; and release the delightful aroma of fresh coffee upon the addition of boiling water to instant coffee or during percolation.

Microencapsulation has become of wide interest to many other industries besides the food and pharmaceutical fields and many unique methods and procedures have been developed and are under study. One of its outstanding applications has been to make feasible carbonless carbon paper as widely patented and distributed by the National Cash Register Company. Here a colorless organic compound is inserted into miniature capsules which are dispersed in one side of the coating of paper. The other side contains a reactive clay. Where the pressure of a pen, pencil or typewriter key breaks these minute capsules, the colorless organic compound is released and reacts with the clay on the adjacent side

or sheet of paper to form a deep color and record the impression.

These National Cash Register microcapsules are manufactured by emulsifying an oil solution of the color precursor into a warm aqueous solution of gelatin. The gelatin is then precipitated to form a wall surrounding the droplets of oil by the addition of salt. Upon cooling, the gelatin solidifies to form a firm wall around each droplet and the aqueous salt solution is decanted. By varying the size of the emulsion globules and the concentration of gelatin, capsules of any size and with various wall thicknesses may be obtained. Any solid, insoluble in water and any liquid, immiscible with water may be encapsulated by this procedure. Solid masses of capsules containing as much as ninety percent gasoline have been produced by this method.

The key to the success of any commercial encapsulating procedure of this nature is the wall material. Gelatin has been the agent of choice because of its good film strength, ease of film formation and adjustable release properties. Since it is soluble in hot water and insoluble in cold, it would appear to be ideally suited as the wall material for coffee oil — protecting it during storage in the package at room temperature and releasing its aroma upon the addition of hot water in the preparation of the beverage.

The release time of gelatin can be made further adjustable by treatment with an aldehyde such as formaldehyde. This simple chemical reacts with gelatin causing it to become insoluble in hot water. However, by treating gelatin capsules with various concentrations of such an aldehyde and for various periods of time, almost any degree of solubilization or insolubilization may be obtained and release time of one or two seconds, one or two minutes, one or two hours or never may be scheduled.

Many years have now been spent by several **coffee factors endeavouring to adapt this type of microencapsulation to restoring aroma to the cup** — all predictably without success. For two important considerations mitigate against the practicality of this approach. One factor is the aldehyde content of the coffee aroma oil itself. As it was pointed out previously, key components of coffee aroma are aldehydes. When the coffee oil is encapsulated in gelatin, upon aging, the aldehydes react with the gelatin to insolubilize it. Two undesirable results then occur. The capsules release time is retarded and when or if release does take place, freshness resulting from the aldehyde notes are sadly missing.

The other factor that precludes the success of this approach is the presence of water. Even though the coffee oil is not soluble in water, water is slightly soluble in the coffee oil. When the oil is encapsulated from an aqueous emulsion, sufficient moisture is encapsulated to cause progressive hydrolysis of the flavor components and loss of desirable coffee elements. Thus any attempt at encapsulation of coffee aroma from an aqueous phase and with gelatin as the wall material is doomed to failure before it starts.

Many other wall materials have been explored in this approach but all have serious objections. For industrial applications, many synthetic polymers or plastics have been explored with interesting possibilities, but most would not qualify as edible before the Food and Drug Administration. And even if an acceptable synthetic wall material were discovered, the watery grave for the aroma principles would still exist. The employment of liquids other than water would disturb the coffee flavor balance even more, by the injection of a foreign solvent taste.

The National Cash Register Company now licenses five different district modification of their process depending on the end requirements of the product.

1. Simple Emulsion Coacervation (the addition of a salt precipitates the coating material onto the surface of the emulsified core material) ;

2. Complex Coacervation (dissolved ions combine to produce an insoluble coating) ;

3. Interfacial Polymerization (dissolved monomers react to give polymer coating) ;

4. Solvent Exchange (solvent removes non-aqueous core from capsule, which is then replacable by aqueous material) ;

5. Melt Dispersion (molten wall material and aqueous core are dispersed in non-aqueous medium, where wall coalesces on core surfaces).

But none of these, at this point, show any promise for retention of coffee flavor.

Several mechanical processes for microencapsulation are coming into vogue. None so far reported have been applied to coffee flavor, because they involve coating of solid particles rather than liquid. However, coffee aroma oil may be congealed by reducing its temperature, and it is not inconceivable that a mechanical coating procedure may exhibit more favorable results than the National Cash Register emulsion procedures described above.

The National Research Corporation has patented a **vacuum encapsulation process** that is now being used commercially. In this process, the particles to be coated are fed through a refrigerated hopper over a vibrating inclined plane which tumbles the particles through a high vacuum chamber. In another section of the same vacuum chamber, the coating material is electrically heated until it evaporates. The vapors of the coating material condense over the chilled particles completely encapsulating them. The wallforming material may be an inorganic metal such as aluminum, magnesium, zinc, etc., or an organic material such as wax or paraffin. No moisture or oxygen would be encountered by the coffee oil in such a process, but there might be some loss of aroma due to the vacuum.

The Southwest Research Institute has pioneered in the development of a **Multi-orifice Centrifugal Encapsulating Device.** Here, the material to be encapsulated is fed from a centrifugal wheel through holes where it meets the liquefied wall material and is coated by it. It is then discharged into a hardening Bath. The wall material may be composed of gelatin, waxes, natural resins, organic polymers or even ceramics. No attempt to use this process for coffee has been published ; but if an edible anhydrous wall material could be employed, this method might have some promise in the preservation of delicate coffee oil.

Dr Dale E. WURSTER, professor of Pharmacy at the University of Wisconsin, has patented a **method of microencapsulation** which is beginning to be used by pharmaceutical manufacturers. These patents are assigned to the Wisconsin Alumni Research Foundation and intensive study of their improvement is being conducted. In this procedure, the particles to be coated are supported by a column of moving air while a solution of the coating vehicle is sprayed upon these particles. The air may be warmed to evaporate the solvent of the coating solution, if necessary. The particles are rotated by the column of moving air and thus receive a uniform coating. This has not yet been attempted for coffee oil ; but, again, by chilling the oil till it was solidified and applying a molten anhydrous coating material to the coffee core, it may be possible to produce stabilized coffee aroma capsules.

Most recently, the Illinois Institute of Technology Research Institute has reported an **electrostatic technique for producing miniature capsules** in the half to ten micron range. Here, both the wall and core material are combined in an aerosol phase. The coating material must be a liquid at the moment of encapsulation ; but the core may be a solid or a liquid of higher surface tension. The two aerosols are produced by a sonic jet diffusion charger, giving the sprays opposite electrostatic charges. These charges accelerate the combination of the two aerosols. The capsules are then cooled to solidify the jacket and then may be collected in an electrostatic precipitator. It should not be too difficult to encapsulate coffee oil in an edible wax by this procedure.

One, more elderly, procedure for encapsulating should not be overlooked, i. e. **encapsulating or « locking-in » in a material like sorbitol.** Sorbitol is now being manufactured by the hydrogenation of glucose or corn sugar and is inexpensively available in large quantities. It occurs naturally in a number of different fruits and is completely unobjectional as a food chemical.

The technique of spray dry sealing of volatile flavor essences was commercialized in the early 1950s. Aromatic flavoring oils are available in a wide range prepared by dispersing or emulsifying the oil in molten sorbitol or other sugars or gelatin. This can be converted to a free flowing powder with the flavor encapsulated in an edible wall material by spray drying or spray cooling or by allowing to congeal and grinding. In the latter circumstance, some of the capsules are fractured by the grinding operation releasing the flavor to atmospheric exposure and deterioration. This is compensated for by rinsing off the broken microcapsules with a volatile solvent such as alcohol. This procedure is widely employed for citrus flavors and many others, which are quickly susceptible to oxidation with good success. The use of sorbitol for encapsulating coffee oil has not been reported but might offer an excellent anhydrous protective wall material which would be nonreactive and prolong the life of fresh coffee aroma.

In conclusion, it may be stated that microencapsulation, at this point, offers the only hope of retaining the desirable fresh coffee aroma in the cup both for instant and percolated brew. Much work has already been directed towards this endeavor but the surface has barely been scratched. More intensive efforts must be exerted by all factors in the coffee industry both competitively and cooperatively if significant progress is to be accomplished.

SELECTED BIBLIOGRAPHY

Analysis and synthesis

RHOADES (J.). — Analysis of Volatile Constituents of Coffee. *Agr. & Food Chem.* **8,** 136 (1960).

ZLATKIS (A.) & SIVETZ (M.). — Analysis of Coffee Volatiles by Gas Chromatography. *Food Research* **25,** 395 (1960).

LEE (S.). — The Quest for Synthetic Coffee. *Tea & Coffee Trade Journal* **119,** *n°* 4, p. 22, 24-25 ; *n°* 5, p. 13, 56 (1960).

Flavor extraction

NUTTING (L.). — Coffee Concentrate. U. S. Patent 2, 853, 387 (9/23/58).

GILMORE (R.). — Recovery of Coffee Aroma and Flavor. U. S. Patent 2, 563, 233 (8/7/51).

REICH (I. M.). — Extraction of Coffee Aroma and Flavor. U. S. Patent 3, 155, 523 (11/3/64).

Microencapsulation

BRYNKO (C.). — Oil Containing Capsules and Method of Making them. U. S. Patent 2, 969, 330 (1/24/61) (to NCR).

BRYNKO (C.) and al. — Process of Making Dual Walled Oil Containing Capsules. U. S. Patent 2, 969, 331 (1/24/61) (to NCR).

GREEN (B. K.). — Oil Containing Capsules and Method of Making them. U. S. Patent 2, 800, 457-8 (7/23/57) (To NCR).

KATCHEN (B.) and MILLER (R. E.). — Method of Making Walled Clusters of Capsules. U. S. Patent 3, 041, 289 (6/26/62) (to NCR).

ANTHONY (W. H.). — Method of Manufacture of Microscopic Capsule Walls of Alchohol-Fractionated Gelatin. U. S. Patent 3, 041, 288 (6/26/62) (to NCR).

STAUFFER (R. A.). — Apparatus and Process for Vapor Coating. U. S. Patent 2, 665, 228 (1/5/54) (to Nat. Res. Corp.).

SUMMERVILLE (G. R. Jr). — Encapsulating Apparatus. U. S. Patent 3, 015, 128 (1/2/62) (to SWRI).

WURSTER (Dale E.). — Air Suspension Coating Methods. U. S. Patent 2, 648, 609 (8/11/53) and 2, 799, 241 (7/9/57) (to W. A. R. F.).

COMMENTAIRE

M. LEVENSON : Dr LEE has provocatively summarized the various aspects of an interestiug approach to the incorporation of stabilized coffee aroma in coffee products.

LEE (S.). — **Stabilisation de l'arôme du café par « micro encapsulage ».** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 197-202, ref.

D'un point de vue commercial, la fraction du café qui a le plus de valeur est l'arôme volatil qu'apprécie le consommateur.

La fraction volatile n'est pas présente dans le café vert, mais se développe au cours de la torréfaction. L'arôme est extrêmement instable et disparaît au cours du stockage du café torréfié moulu et pendant la préparation domestique de la boisson.

De nombreuses méthodes ont été élaborées pour conserver l'arôme dans les deux cas, mais aucune n'a été complètement satisfaisante. Il existe maintenant un nouveau procédé de « micro-encapsulage » qui permet d'espérer une prolongation de la stabilité de l'arôme du café.

L'huile de café pure, naturelle, obtenue par traitement à haute pression du café torréfié, présente toutes les caractéristiques aromatiques du café fraîchement torréfié, y compris la faculté de devenir rance. Dans le passé, elle a été utilisée pour aromatiser le café soluble : elle confère un arôme frais au contenu de la boîte de café soluble, mais n'augmente en rien l'arôme de la boisson. Grâce au « micro-encapsulage » il sera possible d'augmenter l'arôme de la boisson obtenue tant à partir de café ordinaire que de café soluble, là où les consommateurs le désirent.

LEE (S.). — **Stabilization of coffee flavor by micro-encapsulation.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 197-202, ref.

From a commercial standpoint, the most valuable fraction of coffee is the volatile flavor sensation experienced by the consumer. The volatile fraction is not present in the raw green state but is developed during torrefaction. The aromatic flavor is extremely fugitive, being lost during storage of the ground roasted coffee and during percolation in the preparation of the home brew.

Many methods have been devised to retain the flavor in both instances, but none have been completely successful. Now a new procedure micro-encapsulation is available that gives promise of prolonging the stability of coffee flavor.

Pure, natural oil of coffee obtained by high pressure treatment of roasted coffee, affords all of the aromatic attributes of freshly roasted coffee including the faculty of becoming rancid. In the past it has been used to aromatize instant coffee. It contributes a fresh aroma to the contents of the jar of soluble coffee, but makes no contribution to increased aroma in the cup. By micro-encapsulation, it is becoming possible to elevate the aroma of both percolated and instant coffee in the cup where the consumer is most desirous of detecting it.

LEE (S.). — **Stabilisierung des Kaffeearomas durch Mikro-Einkapseln.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 197-202, ref.

Vom handelsüblichen Standpunkt ist das flüchtige Aroma der vom Verbraucher am meisten geschätzte Bruchteil des Kaffees.

Im Rohkaffee ist der flüchtige Bruchteil nicht vorhanden, er entwickelt sich im Verlauf des Röstprozesses. Das Aroma ist höchst unstabil und verliert sich im Verlauf der Lagerung des gemahlenen Röstkaffees und während der häuslichen Zubereitung des Getränkes.

Zahlreiche Methoden wurden ausgearbeitet, um das Aroma in beiden Fällen zu erhalten, keine war jedoch völlig zufriedenstellend. Neuerdings ermöglicht nun das Verfahren des Mikro-Einkapseln eine Verlängerung der Stabilität des Kaffeearomas.

Das reine, natürliche durch Hochdruckbehandlung des Röstkaffees erhaltene Kaffeeöl weist alle aromatischen Merkmale des frisch gerösteten Kaffees auf einschliesslich der Möglichkeit des Ranzigwerdens. Früher wurde es zur Aromatisierung des löslichen Kaffees verwendet : es verleiht dem Inhalt einer Dose löslichen Kaffees ein frisches Aroma, erhöht aber keineswegs das Aroma des Getränkes. Mit Hilfe des Mikro-Einkapselns wird es möglich sein, das Aroma des sowohl aus gewöhnlichem Kaffee wie aus löslichem Kaffee erhaltenen Getränkes zu erhöhen, wenn die Verbraucher es wünschen.

LEE (S.). — **Estabilización del aroma de café con « microcapsulado ».** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 197-202, ref.

Desde el punto de vista comercial la fracción del café de mayor valor es el aroma volátil apreciado por el consumidor.

La fracción volátil no se halla ya en el café verde, sino que se desarrolla durante la tostadura. El aroma es extremadamente inestable y desaparece durante la conservación del café tostado molido y durante la preparación de la bebida.

Desarrolláronse numerosos métodos para conservar el aroma en ambos casos, pero ninguno fué perfectamente satisfactorio. Existe hoy una nueva técnica de « microcapsulado » que permite esperar una prolongación de la estabilidad del aroma del café.

El aceite de café puro, natural, obtenido con tratamiento de alta presión del café tostado, presenta todas las características aromáticas del café recién molido, incluso la facultad de volverse rancio. En otro tiempo se utilizó para aromatizar el café soluble : d cho aceite da un aroma fresco al contenido de la caja de café soluble, pero no aumenta en ningún modo el aroma de la bebida. Gracias al « microcapsulado » será posible aumentar el aroma de la bebida obtenida tanto a partir del café usual como del café soluble, cuando lo deseen los consumidores.

LEE (S.). — **Estabilização do aroma do café por « micro-capsulamento ».** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 197-202, ref.

Sob o ponto de vista comercial, a fracção do café que tem maior valor é o aroma volátil que o consumidor tanto aprecia.

A fracção volátil não está presente no café cru mas desenvolve-se no decurso da torra. O aroma é extremamente instável e desaparece durante o armazenamento do café torrado e moído e no decorrer da preparação doméstica da bebida.

Vários métodos têm sido concebidos para conservar o aroma nestes dois casos, mas nenhum se mostrou completamente satisfatório. Existe um novo processo de « micro-capsulamento » que permite esperar-se um prolongamento da estabilidade de aroma do café.

O óleo de café puro, natural, obtido por tratamento a alta pressão do café torrado, apresenta todas as características aromáticas do café torrado fresco, incluindo a faculdade de se rancificar. Anteriormente era utilizado para aromatizar o café solúvel : confere um aroma fresco ao conteúdo da embalagem de café solúvel, mas em nada aumenta o aroma da bediba. Graças ao « micro-capsulamento » será possível aumentar o aroma da bebida, quer esta provenha do café ordinário quer do café solúvel, de acordo com o desejo do consumidor.

EFFETS DES ANTIOXYDANTS LORS DE LA TORRÉFACTION DE CAFÉ ROBUSTA



O. F. KADEN
Forschungslabor für Kaffee, Kakao, Tee. Hambourg

Les résultats de torréfactions spéciales pour l'amélioration du café Robusta selon la méthode « à cœur » et la méthode sous pression, dont j'ai déjà eu l'occasion de parler (1), ont motivé une série d'essais et, en particulier, l'étude comparative de ces résultats.

Par ailleurs, il fallait examiner quelle torréfaction, avec ou sans injection d'eau, permettrait une meilleure conservation du café torréfié.

Comme la teneur en eau et le coefficient d'oxydation, l'effet des antioxydants est déterminant lors du vieillissement du café stocké. Comme on le sait, les antioxydants naissent lors de la torréfaction.

Contrairement à la teneur en eau et au coefficient d'oxydation, les antioxydants ne peuvent être déterminés qu'indirectement par la méthode de NATARAJAN et de ses collaborateurs (2). La poudre de café à examiner est mélangée à de l'huile alimentaire. Les antioxydants de la poudre de café ralentissent le vieillissement de l'huile. Le degré de rancissement est mesuré par détermination du coefficient de peroxydes selon la méthode LEA.

Les essais, selon les deux procédés de torréfaction, ont été effectués avec un torréfacteur automatique à tambour PROBAT GG 99 A et un torréfacteur à pression automatique ELCALOR. Les charges étaient de 60 kg de Robusta en provenance de la Côte d'Ivoire. Immédiatement après torréfaction, le café a été mis en boîtes métalliques de 500 g, sous vide et sans addition de gaz.

Durant les 75 jours de stockage, on procéda, à intervalles donnés, à des vérifications de la teneur en eau et du coefficient d'oxydation du contenu de boîtes fraîchement ouvertes ainsi qu'à une dégustation. Pour déterminer les coefficients de peroxydes pendant le stockage, la poudre de café fut mélangée à de l'huile de graines de tournesol. L'augmentation du rancissement fut ensuite contrôlée aux mêmes intervalles.

Les résultats des essais qui font l'objet du tableau de la page suivante permettent de tirer les conclusions ci-après :

1. La torréfaction « à cœur » au moyen du tambour PROBAT a donné le café dont la conservation fut la meilleure. Le coefficient de peroxydes de ce café fut le plus faible durant toute la période de stockage. La teneur en eau était également la plus faible et l'oxydation fut la plus lente. Cette meilleure conservation a cependant eu pour contrepartie une perte à la torréfaction plus importante que pour les autres essais effectués en tambour, la torréfaction étant plus lente et s'effectuant sans injection d'eau.

2. Le café torréfié sous pression a vieilli plus rapidement que le café torréfié « à cœur » au tambour, bien que la durée de torréfaction ait été plus longue et que le café ait eu, en début de stockage, le coefficient d'oxydation le plus élevé. Le coefficient a cependant diminué dans la mesure où celui des peroxydes augmentait. La teneur en eau était, à la suite de l'injection, la plus élevée, ce qui a provoqué le vieillissement plus rapide. Par contre, la perte à la torréfaction était la plus faible.

3. Comme dans le cas de torréfactions sous pression, lors de torréfactions effectuées en tambour avec injection

Résultats des essais de stockage de cafés Robusta de Côte d'Ivoire torréfiés par des procédés différents

Caractéristiques des cafés	Perte à la torréfaction	Total en eau du café vert	Durée du stockage en jours					
			1	14	30	45	60	75
Coeff. de peroxydes				6,0	6,25	8,35	14,4	15,8
Torréfaction normale 10 mn avec tambour....	14,8	13,0						
Goût			corsé peu acide fort goût de Robusta			fade	goût de vieux	
Teneur en eau %			1,80	1,68			1,80	
Coeff. d'oxydation			4,3	4,1		3,3	3,1	
Coeff. de peroxydes				4,25	5,20	6,30	13,0	14,25
Torréfaction 9 mn avec tambour et injection de 3 l d'eau.....	14,2	11,9						
Goût			peu corsé peu acide fort goût de Robusta			fade	goût de vieux	
Teneur en eau %			2,17	2,08			2,24	
Coeff. d'oxydation			3,8	3,6		3,4	3,0	
Coeff. de peroxydes				4,84	5,35	7,1	13,4	14,17
Torréfaction 10 mn avec tambour et injection de 5 l d'eau.....	13,8	11,1						
Goût			assez fade cru avec fort goût de Robusta			plus fade	goût de vieux	
Teneur en eau %			2,58	2,59			2,98	
Coeff. d'oxydation			3,5	3,4		3,2	3,0	
Coeff. de peroxydes				5,5	5,92	7,67	13,8	15,8
Torréfaction 16 mn 30 s avec tambour à cœur ...	15	13,3						
Goût			Robusta nettement plus faible				plutôt fade	
Teneur en eau %			1,68	1,69			1,67	
Coeff. d'oxydation			4,3	4,1		4,0	4,0	
Coeff. de peroxydes				3,47	4,88	5,9	10,85	11,2
Torréfaction 24 mn Presca avec injection 4 l d'eau..	15	13,3						
Goût			Robusta nettement plus faible légèrement acide				plutôt fade	goût de vieux
Teneur en eau %			3,22	3,06			3,07	
Coeff. d'oxydation			4,7	4,5		4,2	3,6	
Coeff. de peroxydes				4,82	5,2	6,8	11,65	12,8

d'eau, la teneur en eau était naturellement plus élevée que lors d'une torréfaction « à cœur » et d'une torréfaction normale. La perte à la torréfaction était inférieure. Le gain de poids s'effectue cependant au détriment de la qualité, le café se conservant moins bien. Les coefficients d'oxydation et de peroxydes étaient également moins favorables lors du stockage.

Des expériences ultérieures permettront de déterminer si la teneur supérieure en eau est due à l'injection ou s'il s'agit d'un reste d'humidité propre, ce qui serait explicable par le refroidissement rapide au moyen de l'eau.

Les dégustations correspondaient aux valeurs objectives des analyses chimiques. Les infusions ont été faites dans des cafetières-filtres en porcelaine de Karlsbad.

BIBLIOGRAPHIE

1. KADEN (O. F.) « Amélioration de la qualité du café Robusta par des torréfactions spéciales », *Café, Cacao, Thé*, Paris, 1964, n° 4.
2. NATARAJAN (C. P.). — Studies on the Antioxygenic Properties of Coffee. *Journal of Scientific & Industrial Research*, 1958, vol. 17 C, n° 9.

DISCUSSION

M. LEVENSON : Did Dr KADEN find any flavor effect in coffees roasted with water injection ?
— M. KADEN : Quick roasting of beans with a high percentage of water gives not so good a quality as long roasting does.

KADEN (O. F.). — **Effets des anti-oxydants lors de la torréfaction de café Robusta.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 203-206, tabl., ref.

L'A. a comparé les résultats obtenus lors d'une série d'essais portant sur des torréfactions spéciales (méthodes « à cœur » et sous pression) du café Robusta et a cherché à déterminer quelle torréfaction assurait une meilleure conservation du produit.

Le café torréfié « à cœur » (tambour Probat) se conserve le mieux, mais la perte à la torréfaction est la plus importante. Le café torréfié sous pression vieillit plus rapidement, la teneur en eau étant, à la suite de l'injection, plus élevée. La perte à la torréfaction est dans ce cas la plus faible. Lors d'une torréfaction en tambour avec injection d'eau, la perte à la torréfaction n'est pas aussi grande qu'avec le procédé « à cœur », mais la conservation du café torréfié est moins bonne.

Les dégustations et les analyses chimiques concordaient.

KADEN (O. F.). **The effects of anti-oxydising agents during the roasting of Robusta coffee.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p, 203-206, tabl., ref.

The A. has compared the results obtained from a series of trials with special roasting techniques (methods of deep roasting and under pressure) of Robusta coffee and has tried to determine which method of roasting ensured the best keeping properties of the commodity.

Coffee roasted deeply (Probat drum) keeps the best, but loss by roasting is greater. Coffee roasted under pressure deteriorates more rapidly, the water content being, after injection, higher. Loss by roasting is, in this case, lower. When roasting is conducted in a drum with water injection, the loss by roasting is not as high as by the deep roasting but the keeping properties of the roasted coffee are less good.

Tasting and chemical analysis are in agreement.

KADEN (O. F.). — **Die Wirkung von Antioxydantien im Zusammenhang mit Spezialröstung von Robusta Kaffee.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 203-206, tabl., ref.

Der Autor vergleicht die Ergebnisse von Spezialröstungen nach dem Kernröst- und dem Druckröstverfahren von Robusta Kaffee, um festzustellen welche Röstung eine bessere Haltbarkeit gewährleistet.

Der kerngeröstete Kaffe (Probat-Trommel) ist am haltbarsten, aber der Einbrand beim Rösten ist am grössten. Der druckgeröstete Kaffee altert schneller, da der Wassergehalt infolge der Wassereinspritzung höher ist. Der Einbrand dagegen ist in diesem Falle geringer. Bei trommelgeröstetem Kaffee mit Wassereinspritzung bleibt der Einbrand geringer als beim kerngerösteten Kaffee, der geröstete Kaffe ist jedoch weniger haltbar.

Die Sinnenprüfung deckte sich mit den chemischen Untersuchungen.

KADEN (O. F.). — **Efectos de los antioxidantes durante la tostadura del café Robusta.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 203-206, tabl., ref.

El autor ha comparado los resultados obtenidos durante una serie de ensayos. Tratábase de tostaduras especiales (métodos de tostadura profonda y bajo presión) y se quería determinar cual era la tostadura que permitía la mejor conservación del producto.

Se conserva más bien el café tostado profundamente (tambor Probat), pero con este método la pérdida durante la tostadura es la más importante. El café tostado bajo presión envejece más rapidamente, siendo su contenido de agua más alto a consecuencia de la inyección. En este caso la pérdida durante la tostadura es la más insignificante. Durante una tostadura en tambor con inyección de agua la pérdida no es tan grande como en el método de tostodura profonda, pero la conservación del café tostado no es tan buena.

Las cataduras y los análisis concordaban.

KADEN (O. F.). — **Efeitos dos anti-oxidantes na torra do café Robusta.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 203-206, tabl., ref.

O autor comparou os resultados obtidos numa série de ensaios de torrefação especiais (método « profundo » e sob pressão) de café Robusta e procurou determinar qual o tipo de torra que asseguraria uma melhor conservação do produto.

O café torrado « profundamente » (tambor Probat) é o que se conserva melhor, mas a perda na torrefação é a mais importante. O café torrado sob pressão envelhece mais rápidamente, sendo o seu teor em água mais elevado em consequência da injecção desta. A perda na torra é, neste caso, mais fraca. Numa torrefação em tambor, com injecção de água, a perda durante a torrefação não é tão grande como no processo « profundo » mas a conservação do café torrado é pior.

As provas e as análises químicas mostram concordância.

THE MEASUREMENT OF THE COLOUR OF GROUND COFFEE AND OF INSTANT COFFEE BY MEANS OF THE GARDNER AUTOMATIC COLOUR DIFFERENCE METER

R. F. SMITH & G. W. WHITE
Lyons laboratories, London

In our factory it is the normal practice to judge the colours of samples of roasted coffee and of instant coffee powder visually and to express the results on an arbitrary subjective scale of « shades » in which « ½ shade » is the smallest colour difference that can be detected by the eye.

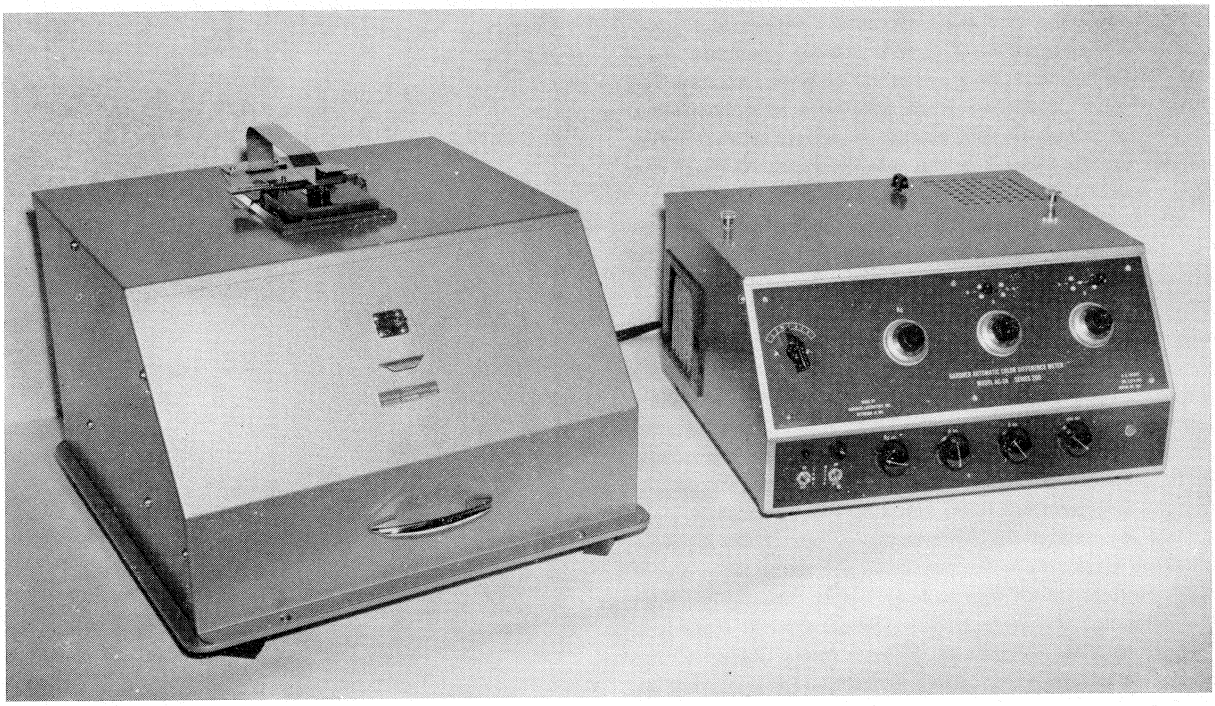
For some years we have needed an instrument that would be suitable for measuring colour objectively, but such instruments were usually found to be less sensitive and the results showed a greater variation than those obtained by the visual method.

We recently had an opportunity to make some trials on a Gardner Automatic Color Difference Meter, and this communication is an advance note on the results obtained, which are to be published in full elsewhere.

It is well known that three parameters are necessary in order to specify colour, because the mechanism of vision seems to involve three types of receptor. Many colorimeters are therefore designed to specify colours in terms of three variables.

The Gardner Automatic Color Difference Meter (Model AC-2a-R_d) measures the colour of opaque powdered or

Fig. 1. — *Color difference meter (model AC—2a, cat. # CG-6560*



granular samples in terms of three parameters called R_d (the % reflectance of the sample), « a » (a measure of the deviation from grey in the direction of redness — positive « a » value, or in the direction of greenness — negative « a » value) and « b » (a measure of the deviation from grey in the direction of yellowness — positive « b » value, or in the direction of blueness — negative « b » value). These relations are illustrated in the colour space (Figure 2).

The meter comprises a high sensitivity exposure head and an automatic measurement unit. Powdered samples are placed in cylindrical plastics cuvettes 2 1/4 inches in diameter and $1\frac{1}{2}$ inches deep with optically clear plastics bases. These cuvettes are placed in turn over a $1\frac{1}{2}$ inch diameter aperture on top of the exposure head, and are illuminated from beneath by white light from one lamp which is split into four equal beams each directed by mirrors to fall on the sample at an angle of 45°.

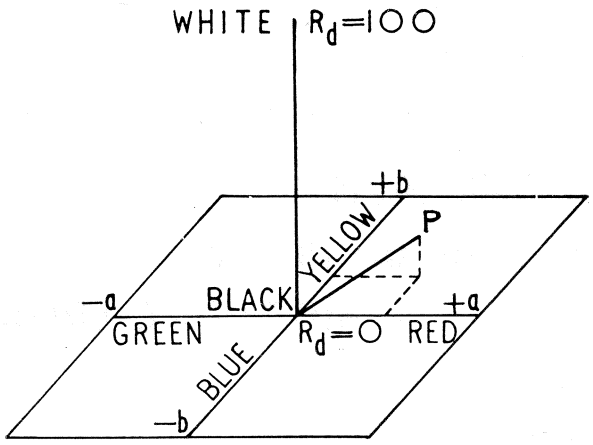
The coloured light reflected at right angles from the surface of the sample is directed through three tristimulus filters (green, amber and blue) onto three photocells, which operate in turn three servo motors controlling potentiometer dials which indicate the colour of the sample in terms of the three variables R_d, a, and b.

The instrument is standardised before use by means of an opaque white tile which is placed over the aperture of the exposure head. The makers claimed that an accuracy of ± 0.2 % can be obtained, after a warm-up period of one hour, if a standardisation is made every 15 minutes. We found that the instrument used required standardisation every 10 minutes in order to obtain this accuracy. The time for standardisation or sample measurement is approximately 30 seconds, so that 20 samples could be measured between each standardisation.

Roasted coffee and instant coffee samples gave readings in terms of R_d (% reflectance), positive « a » values (deviation from greyness to redness) and positive « b » values (deviation from greyness to yellowness), and being brown or dull orange in colour can be represented by the point P in the quadrant indicated in the Colour Space (Figure 2).

A series of samples of ground coffee with colours ranging from « very light » to « very dark » were examined after they had been graded in « shades » by our experts in the coffee roasting department. Each sample was measured twice in the Gardner Colorimeter, and the mean results are represented in Figure 3 in which the R_d values have been plotted against « shades » lighter or darker than the standard. A fairly good correlation is shown between R_d value and subjective grading. In the middle of the range the reproducibility of R_d (± 0.2) is equivalent to an error of ± 2 « shades ».

With increasing darkness in the colour of the samples all three parameters decreased at the same rate, and it was found that there was an even better correlation when the sum of $R_d + a + b$ was plotted against « shade » (Figure 4). The variation in the new factor (called C) for this set of samples was nearly twice that for the factor R_d



GARDNER COLOUR SPACE

Fig. 2. — *Gardner colour space*

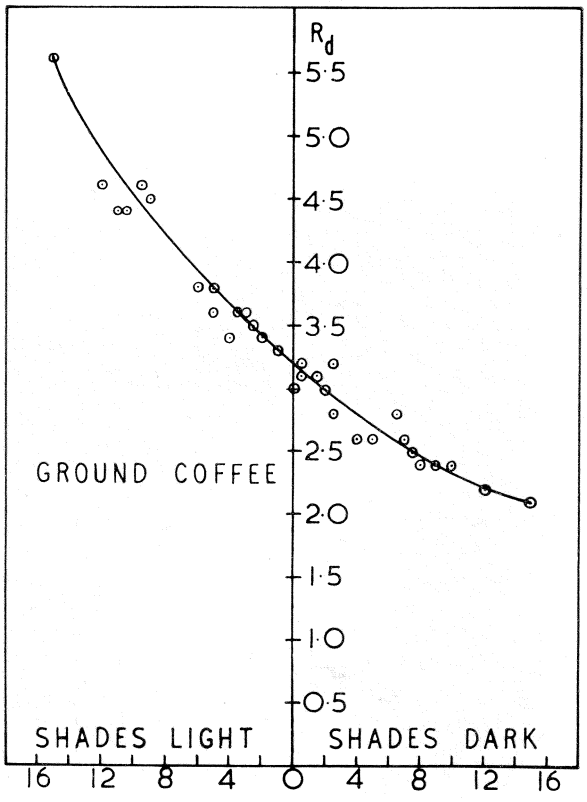


Fig. 3.

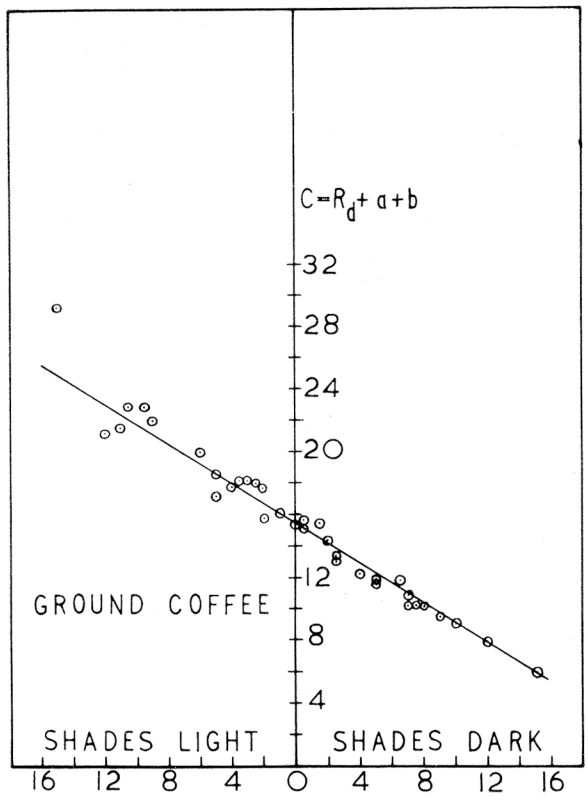


Fig. 4

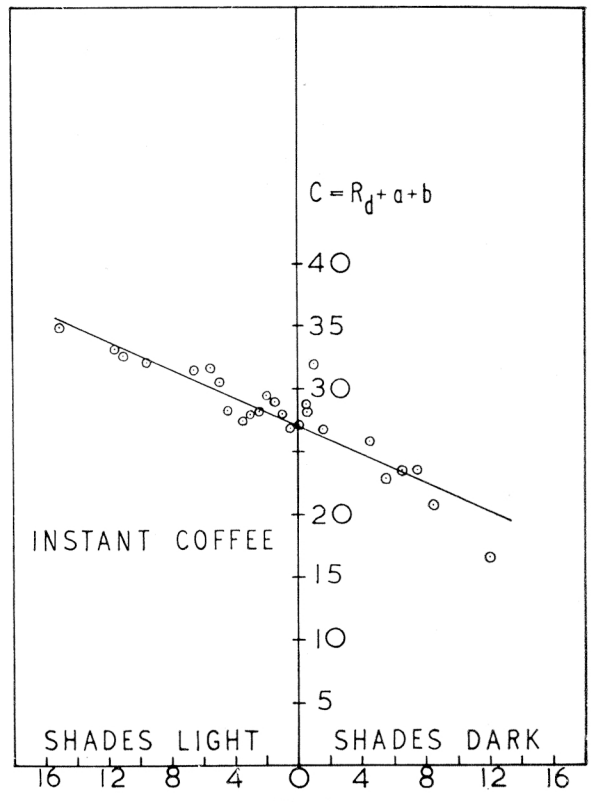


Fig. 5

so that the sensitivity had been nearly doubled. The reproducibility of $\pm$ 0.2 in C was now equivalent to a discrimination of $\pm$ 2/3 « shade ».

It has been found that although « ½ shade » is by definition the smallest difference that can be detected by eye in the subjective method, the sample make-up error is such that the reproducibility of results is of the order of 1 « shade ». It therefore follows that for ground coffee the value of the sum of R_d + a + b obtained from the colorimeter readings provides a discrimination between samples as good as that afforded by the eye, a result which has not previously been obtained by other methods.

Since with increasing darkness in the colour of roasted coffee all three parameters decrease at the same rate, and the ratio a/b is a measure of hue, it follows that the hue of roasted coffee remains constant, the colour varying only in brightness. The significance of this is demonstrated in the Colour Space (Figure 2) in that as the degree of roast is increased, the colour of the coffee tends to move back along the line from P to the origin i.e. towards blackness.

A series of samples of instant coffee were similarly graded in shades from « very light » to « very dark », and their colours measured with the Gardner Colorimeter. As with roasted coffee there was found to be a correlation between R_d value and subjective grading

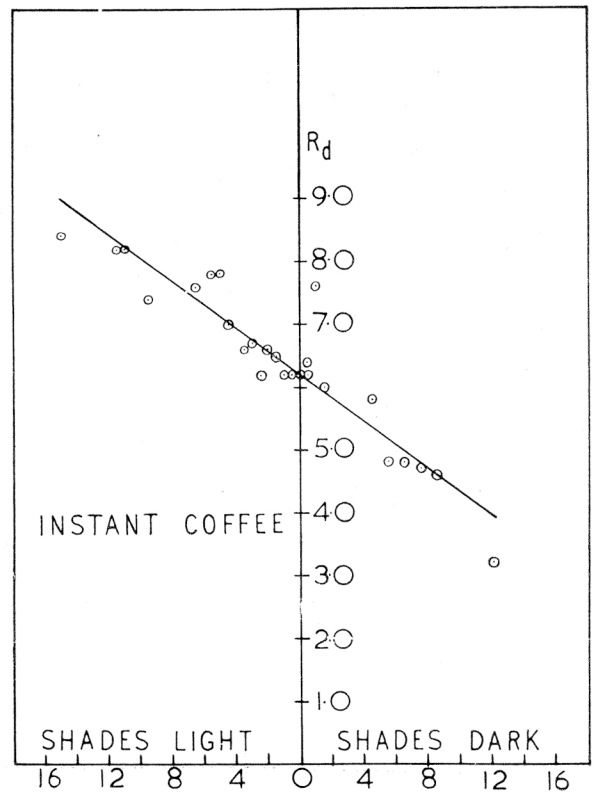


Fig. 6

(Figure 4), and the reproducibility of R_d was ($\pm$ 0.2).

The three parameters R_d, a and b decreased together as before ; plotting C ($=R_d + a + b$) against « shade » indicated a good correlation, but this did not increase the range in values, only a slight increase in sensitivity being obtained. The reproducibility $\pm$ 0.4 in C was equivalent to a discrimination of 1 1/3 « shade » which was not quite as good as that afforded by the eye, but the difference could be reduced to 1 « shade » by measuring two portions of the same sample and taking the mean result.

The colour of instant coffee depends partly on the colour of the roasted coffee from which it is prepared, and partly on the particle-size distribution. It is not surprising therefore, that as with roasted coffee, so with instant coffee all three parameters decreased together. The samples of instant coffee however had approximately twice the brightness of the samples of roasted coffee, due to the smaller particle-size.

DISCUSSION

M. PICTET : 1) Quel est le degré de mouture appliquée aux échantillons de café rôti examinés ?

2) Avez-vous remarqué une relation entre ce degré de mouture, et sa variation, et des variations éventuelles de vos mesures de couleur ?

3) Avez-vous établi une corrélation entre vos mesures optiques et la perte de poids de vos échantillons lors de leur torréfaction ?

— M. SMITH : We have not had time to examine the effects of % roasting loss, particle size distribution, etc... on the readings.

The shades of colour would be expected to correlate with percentage roasting loss, as all samples were obtained with the same blend of coffee. The samples all were placed in the cuvettes and tapped down in the similar manner without pressure.

M. THALER : Is there a possibility to measure the colour of coffee brew or of solutions of instant coffee ?

— M. SMITH : The colours of opaque liquids can also be measured, and also transparent liquids such as coffee infusions, if the depth is greater than that equivalent to infinite depth.

M. ILLY : Je voudrais seulement dire à M. PICTET que nous faisons depuis plusieurs années des mesures sur la couleur du café torréfié et qu'il existe des relations bien définies entre la couleur du café torréfié, la perte de poids à la torréfaction et la température finale.

SMITH (R. F.), WHITE (G. W.). — **Mesure de la couleur du café torréfié et du café soluble à l'aide de l'appareil Gardner de mesure automatique de la couleur par différence.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 207-211, fig.

Dans la chambre d'exposition de cet instrument, la surface de l'échantillon est éclairée à la lumière blanche. La lumière réfléchie par l'échantillon est dirigée, au travers de trois filtres trichromatiques, sur des cellules photoélectriques qui font fonctionner trois servo-moteurs qui entraînent les cadrans du potentiomètre.

La couleur du café est mesurée par trois variables : R_d (% de réflectance de la lumière), « a » (déviation du gris vers le rouge et « b » (déviation du gris vers le jaune).

Avec le café torréfié et le café soluble, on a trouvé que de bonnes corrélations existaient entre la somme $R_d + a + b$ et la couleur mesurée à l'œil nu, par comparaison, et exprimée à l'aide d'une échelle de « teintes » arbitraire, une demi-teinte étant la plus petite différence de couleur pouvant être détectée à l'œil nu.

SMITH (R. F.), WHITE (G. W.). — **The measurement of the colour of roasted coffee and of instant coffee with the Gardner automatic colour difference meter.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 207-211, fig.

In the exposure head of this instrument the surface of the sample is illuminated by white light. Reflected light from the sample is directed through three separate tristimulus filters onto photocells that operate in turn three servo motors driving potentiometer dials. The colour of coffee is measured in terms of three variables R_d (percentage reflectance of light), « a » (deviation from grey in the direction of red) and « b » (deviation from grey in the direction of yellow).

With roasted coffee and instant coffee, good correlations were found to exist between the sum of $R_d + a + b$ and the colour judged by visual comparison expressed in terms of an arbitrary scale of « shades », 1/2 shade being the smallest colour difference that can be detected by the eye.

SMITH (R. F.), WHITE (G. W.). — **Messung der Farbe des Röst- und des löslichen Kaffees mit dem Gardner Apparat automatischer Messung der Farbendifferenz.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 207-211, fig.

In der Belichtungskammer dieses Apparates wird die Fläche der Probe durch weisses Licht beleuchtet. Das von der Probe zurückgestrahlte Licht wird durch drei trichromatische Filter auf photoelektrische Zellen gerichtet, welche drei Servomotore antreiben, die ihrerseits die Zifferblätter des Potentiometers in Bewegung setzen.

Die Kaffeefarbe wird mit drei Variabeln « R_d » (% Lichtrückstrahlungsfähigkeit), « a » (Verschiebung des Grau nach dem Rot) und « b » (Verschiebung des Grau nach dem Gelb) gemessen.

Bei Röstkaffee und bei löslichem Kaffee wurden gute Korrelationen zwischen der Summe $R_d + a + b$ und der mit dem blossen Auge durch Vergleich gemessenen und mittels einer Farbentonleiter ausgedrückten Farbe gefunden, wobei ein Halbton die kleinste mit dem blossen Auge sichtbare Farbendifferenz darstellt.

SMITH (R. F.), WHITE (G. W.). — **Medida del color del café tostado y del café soluble mediante el aparato Gardner para medir automaticamente el color por diferencia.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 207-211, fig.

En la cámara de exposición de este instrumento se alumbra con luz blanca la superficie de la muestra. La luz refractada por la muestra se dirige, a través de tres filtros tricromáticos, sobre células fotoeléctricas responsables del movimiento de tres servomotores, los cuales, a su vez, dan empuje a los cuadrantes del potenciómetro.

El color del café se mide con tres variables : R_d (% de reflectancia de la luz), « a » (deviación del gris hacia el rojo), y « b » (deviación del gris hacia el amarillo).

Con el café tostado y el café soluble se halló que existian buenas correlaciones entre la suma $R_d + a + b$ y el color evaluado a la simple vista, por comparación, y expresado mediante una escala arbitraria de « matices », siendo el medio matiz la menor diferencia de color pudiendo detectarse a la simple vista.

SMITH (R. F.), WHITE (G. W.). — **Medida da cor do café torrado e do café solúvel com um aparelho Gardner de medida automática da cor por diferença.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 207-211, fig.

A superfície da amostra é iluminada por luz branca, na câmara de exposição do aparelho. A luz reflectida pela amostra é dirigida, através de três filtros tricromáticos, para células fotoeléctricas, que fazem funcionar três servo-motores que arrastam os quadrantes do potenciómetro.

A cor do café é medida por três variáveis : R_d (% da reflectância da luz) « a » (desvio do cinzento para vermelho) e « b » (desvio do cinzento para o amarelo).

Com café torrado e café solúvel, encontrou-se uma correlação entre a soma ($R_d + a + b$) e a cor medida a olho nu por comparação, e expressa por uma escala de « tons » arbitrária, sendo um meio-tom a menor diferença de cor detectável a olho nu.

LES RELATIONS ENTRE LES DÉFAUTS DES CAFÉS VERTS OU TORRÉFIÉS ET LES QUALITÉS A LA TASSE

R. WILBAUX et D. HAHN
Institut Français du Café et du Cacao, Paris

Les principaux pays producteurs ont établi des normes d'appréciation de qualité des cafés verts. On constate que les pays consommateurs, à leur tour, élaborent des textes ayant pour but d'établir des critères de qualité, que ce soit du point de vue normalisation ou du point de vue répression des fraudes.

Nous ne parlerons que des méthodes ayant recours notamment au comptage des fèves défectueuses auxquelles on attribue un coefficient d'importance, comme au Brésil, en Angola, en Côte d'Ivoire, au Cameroun, etc. En Ouganda, au contraire, on détermine le pourcentage en poids de grains défectueux. D'autres pays se contentent d'évaluer, par simple examen visuel, la présence de défectuosités plus ou moins nombreuses.

En France, le décret du 7 octobre 1932 est toujours en application, malgré son manque de précision. Quant au décret du 2 juillet 1948, il ne s'appliquait qu'aux cafés verts produits dans les anciennes colonies. Ce dernier texte a d'ailleurs été repris, avec parfois certaines modifications, par les Républiques francophones d'Afrique.

IMPORTANCE DE L'ÉCHANTILLON A EXAMINER

Au Brésil, en Angola, à Madagascar et dans les Républiques francophones d'Afrique, le poids choisi pour l'échantillon de café vert est de 300 g, comme en France d'ailleurs. La Côte d'Ivoire seule a fixé très logiquement un poids d'échantillon variable selon la grosseur des fèves. Un échantillon de 300 g de café vert peut en effet contenir de 3.000 (de 0,1 g) à 1.500 fèves (de 0,2 g). De ce fait un comptage est plus avantageux pour les gros que pour les petits cafés.

Il serait plus logique d'effectuer l'expertise sur, par exemple, 2.000 grains.

Sur café torréfié, on adopte en France un poids d'échantillon de 100 g. La perte de poids brute à la torréfaction étant normalement de 20 %, il faudrait multiplier les résultats obtenus par un coefficient 2,4 pour les exprimer par rapport à 300 g du même café avant grillage.

Evaluer la qualité d'un café torréfié par un comptage de défauts sur un poids de 100 g présente les mêmes inconvénients que ceux déjà signalés pour le café vert.

Les poids de 300 g de café vert et de 100 g de café torréfié sont cependant adoptés pour ne pas aller à l'encontre des usages.

BARÈMES DES DÉFAUTS

Les barèmes ci-dessous sont ceux préconisés par le groupe de travail du Café du Ministère de l'Agriculture.

Le décret du 2 juillet 1948 fixait un barème des défectuosités en vert. Nous nous en sommes servi en ne le modifiant que très légèrement : la coquille n'étant pas un défaut grave, surtout en ce qui concerne la qualité à la tasse, le barème ci-dessous prévoit qu'il faut cinq coquilles au lieu de trois, pour constituer un défaut. Ce barème a donc l'avantage d'être pratiquement identique à celui en usage dans la plupart des pays producteurs francophones.

1 fève avariée sèche	2	défauts
1 fève noire	1	—
1 cerise	1	—
2 fèves en parche	1	—
2 fèves demi-noires	1	—
2 fèves sures	1	—
5 fèves spongieuses	1	—
5 coquilles	1	—
5 brisures	1	—
5 fèves dites sèches	1	—
5 fèves vertes immatures	1	—
5 fèves indésirables	1	—
10 fèves piquées	1	—
1 grosse peau	1	—
2 à 3 petites peaux	1	—
1 gros bois	2	—
1 bois moyen	1	—
2 à 3 petits bois	1	—

La tolérance en pierres ou autres matières étrangères est de 1,25 g soit 0,417 %.

Le nombre de défauts admis pour qu'un café soit considéré comme « conforme » serait limité à 120 ; en Côte d'Ivoire, par exemple, les normes fixent la limite d'exportabilité à 90.

Evidemment, un tel barème attribue parfois un même nombre de points à des défauts qui auront une influence fort différente sur les qualités à la tasse. Ainsi, la fève en parche (défaut d'usinage et de présentation) n'aura pas la même influence sur le goût que la fève demi-noire (défaut de préparation et de présentation).

Dans les indésirables on rencontrera des grains dont les qualités gustatives seront plus ou moins défectueuses.

Mais en outre, le café devra, sous peine de « non-conformité » :

— être exempt de fèves puantes,

— être exempt de contamination (pourriture, moisissure, pétrole, etc.),

— ne pas contenir plus de 5 grains noirs sur 300 g,

— ne pas contenir plus de 15 défauts en fèves piquées,

— ne pas contenir plus de 15 défauts en brisures.

Les spécifications ci-dessus seront probablement adoptées comme base d'un nouveau texte réglementaire actuellement à l'étude en France.

Cette notion de défauts rédhibitoires et de limitation de certaines défectuosités est logique, car l'incidence sur la qualité à la tasse est très grande, et ce d'autant plus que des tests de dégustation ne seront probablement pas prévus.

Le texte actuellement à l'étude impliquera sans doute un examen du café torréfié, selon le barème ci-dessous :

1 cerise	1	défaut
1 fève noire ou carbonisée	1	—
2 demi-noires	1	—
2 marbrées ou tachées	1	—
2 indésirables	1	—
2 fèves pâles	1	—
2 fèves en parche	1	—
5 coquilles	1	—
5 brisures $>$ 4 mm	1	—
0,2 g petites brisures $<$ 4 mm	1	—
10 fèves piquées	1	—
1 grosse peau ou coque	1	—
3 petites peaux ou parches	1	—
1 gros bois	2	—
1 bois moyen	1	—
3 petits bois	1	—

La tolérance en pierres et autres matières étrangères est de 0,2 % en poids.

En outre, l'échantillon ne pourra pas contenir de fève puante, c'est-à-dire à odeur étrangère au café, souvent putride ou fortement rhumée ; le nombre de défauts est limité à trois pour les noires et pour les brisures.

RELATIONS ENTRE LES DÉFAUTS EN VERT ET EN TORRÉFIÉ

Lorsqu'on grille du café vert, on retrouve généralement après brûlage :

80 % des fèves noires originelles,

60 % des fèves piquées originelles, car de petits trous sont assez souvent masqués par des fissurations se produisant à la torréfaction.

Quant aux indésirables, on les retrouvera dans une proportion variable, notamment selon le taux de torréfaction.

Les fèves pâles après grillage constituent un défaut généralement grave ; c'est toujours un défaut de présentation, mais ces fèves ont souvent une mauvaise odeur et un mauvais goût.

L'origine de ces fèves pâles n'est pas connue. Pour DEVONSHIRE (1), dans les cafés Arabica du Kenya, elles proviendraient du café non mûr ou ayant subi la sécheresse.

Si on examine, sur des échantillons de café vert, le rapport entre les fèves pâles après brûlage et les fèves indésirables avant torréfaction, on voit que ce rapport est en moyenne de 0,685, mais qu'il varie de 0,05 à 4,40. Il faut donc admettre que dans certains cas, des grains d'apparence saine en vert peuvent donner des grains pâles après torréfaction.

Il n'y a aucune relation entre le nombre de fèves blanches du café vert et le nombre de fèves pâles du café torréfié.

On constate que 89 % des cafés « non conformes » en vert le sont aussi après torréfaction. Ce pourcentage aurait atteint 95 % si on avait attribué la valeur de 1 défaut à la fève pâle après brûlage. Mais alors la concordance pour les cafés « conformes » n'aurait été que de 60 %, alors qu'elle est de 85 % en attribuant à la fève pâle la valeur d'un demi-défaut.

Le diagramme n° 1 montre la relation entre les défauts en vert et en torréfié, en utilisant les barèmes exposés ci-dessus.

En employant des méthodes statistiques graphiques rapides telles que décrites par QUENOUILLE (2), on voit qu'il existe une liaison monotone (significatif $P < 1\ \%$) ; le test des coins de TUKEY indique également une liaison monotone significative ($P < 1\ \%$). L'estimation graphique d'une régression linéaire conduit à l'équation :

$$x = 2{,}4\ y$$

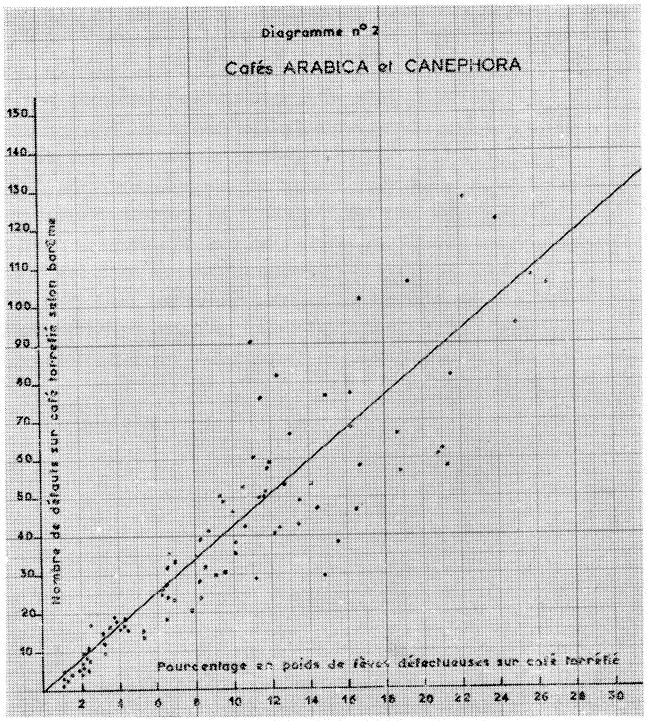
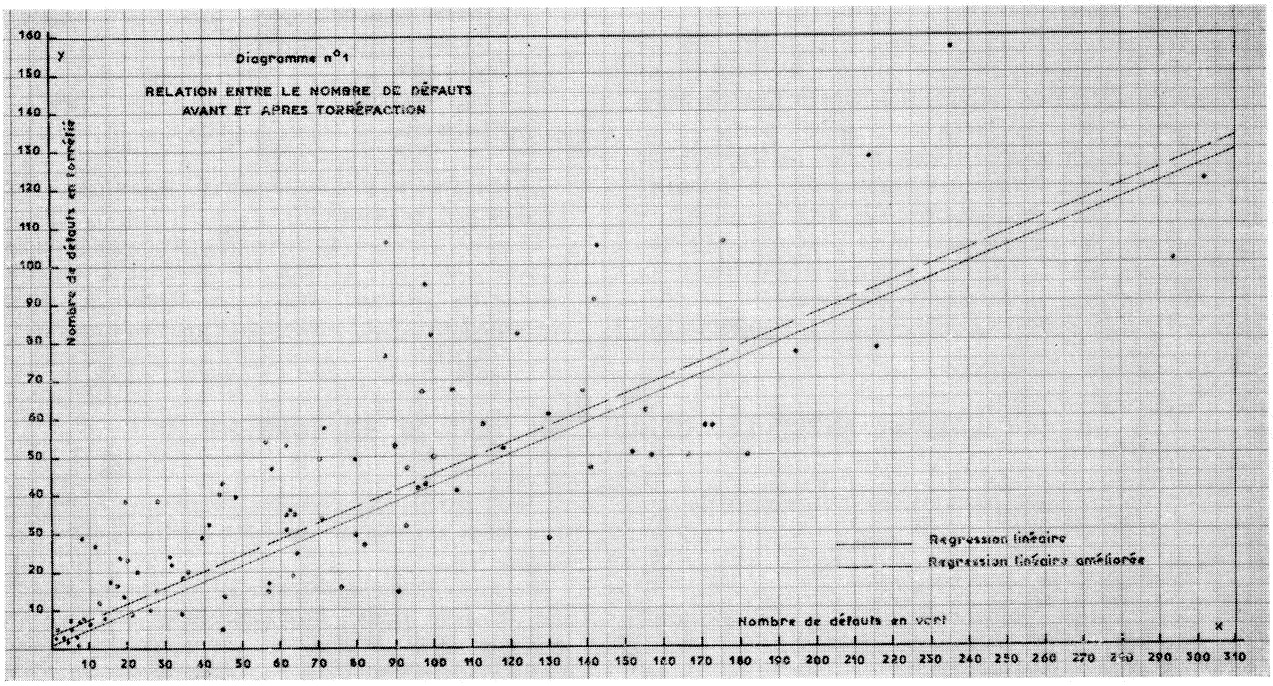


Diagramme n° 2

Diagramme n° 1



On retrouve donc ici le coefficient 2,4 qui relie les résultats sur café torréfié et sur café vert. Malgré la non concordance apparente des deux barèmes, on voit que leur emploi donne cependant en pratique des résultats consistants.

Le diagramme n° 1 montre que la dispersion augmente avec le nombre de défauts, ce à quoi il fallait d'ailleurs s'attendre.

Comme le pourcentage de cafés conformes en vert et non conformes après grillage est encore de 15 %, le texte réglementaire à l'étude prévoira sans doute une autre classification basée simplement sur un pourcentage en poids de fèves défectueuses sur café torréfié, la limite admise étant de 8 %. A l'expertise, la méthode la plus favorable serait appliquée.

Cette méthode en poids avantagera les petits cafés dont les défectuosités sont le plus lourdement pénalisées par le barème.

Le diagramme n° 2 montre la relation entre ces deux modes d'expression. Malgré le fait que la détermination en poids n'attribue pas de valeurs différentes pour les divers défauts (comme le fait le barème), le test graphique de liaison monotone est significatif ($P < 1\ \%$) ; on voit ici également la dispersion augmenter parallèlement aux défectuosités. Il existe une régression linéaire :

$$y = 0{,}25\ x$$

RELATION ENTRE LES DÉFAUTS EN VERT ET LA QUALITÉ A LA TASSE

L'essai de dégustation est effectué sur 10 g de café en poudre avec 100 cm³ d'eau comme de coutume en France et au Brésil ; la concentration de la liqueur est donc plus forte que celle adoptée pour ces tests en Allemagne et en Angleterre, par exemple. On apprécie l'intensité de l'odeur, du corps, de la force, de l'astringence, de l'acidité et de l'amertume. On note également les goûts particuliers, puis on donne une appréciation synthétique, selon l'échelle des qualités gustatives utilisées depuis six ans par l'ancien service de normalisation et répression des fraudes de l'O. R. S. T. O. M., et qui est toujours en usage à l'I. F. C. C.

Nous avons attribué un chiffre conventionnel à ces catégories, de façon à pouvoir chiffrer l'appréciation synthétique :

Qualité gustative globale	Signe conventionnel	Chiffre conventionnel
Très bonne tasse	TB	1
Bonne tasse	B	2
Tasse plus qu'acceptable	A +	3
Tasse acceptable	A	4
Tasse moins qu'acceptable	A —	5
Mauvaise tasse	M	6
Très mauvaise tasse	TM	7
Tasse inconsommable	I	8

Pour les cas intermédiaires, le chiffre conventionnel est augmenté ou diminué de 0,5. Par exemple : mauvaise tasse à très mauvaise tasse = 6,5.

Les goûts particuliers spécialement retenus sont :

fétide	puant, nauséabond
malpropre	allant de légèrement fétide à légèrement pourri
rhumé	goût et odeur de têtes et queues de distillation de rhum
herbeux	goût de feuilles, d'herbes, parfois légèrement fermentées
fermenté	alcoolique, mais aussi tendant sur le malpropre
rioté	goût pharmaceutique, rappelant celui de l'iode
pyroligneux	explicite par lui-même
pyridinique	explicite par lui-même
terreux	explicite par lui-même
moisi	explicite par lui-même
ligneux	goût de bois
vert	goût cru, assez âpre ou dur
âpre	goût rude
âcre	irritant, mordant au goût, revèche
aigre	acidité désagréable
plat	sans caractère
arachide grillée	explicite par lui-même
acide	qualité de certains Arabica ; l'acidité est agréable, contrairement à l'aigreur.

En fait, lors de la dégustation, les experts emploient bien d'autres termes dont certains sont spécifiquement utilisés dans divers pays et pour des cafés parfois bien définis (oignon, de brique, fruité, de levure, etc.).

Il peut paraître illogique de grouper dans une même échelle gustative des cafés aussi différents que des Arabica lavés, des Arabica voie sèche et des Canephora.

Nous avons néanmoins adopté cette méthode tout en

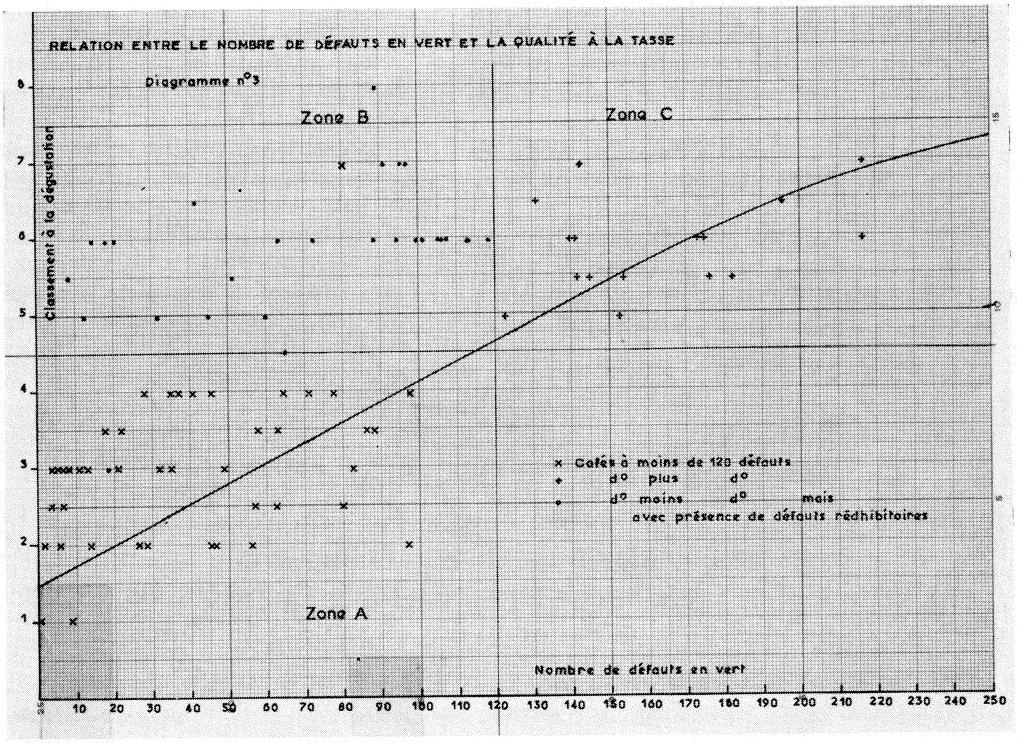


Diagramme n° 3

attribuant à une cotation bonne tasse, par exemple, des goûts différents, mais correspondant dans chaque cas aux caractères qu'on recherche pour le type de café examiné.

Le diagramme n° 3 indique en abscisse le nombre de défauts en vert, et en ordonnée, la cotation gustative.

En principe, il y a une corrélation entre l'aspect du café vert et le goût du café boisson. Cependant, il existe des exceptions : de beaux cafés peuvent avoir une liqueur défectueuse, mais il est assez exceptionnel qu'un café vert fortement chargé en défauts ait une liqueur agréable.

Si on examine ce diagramme, on constate :

1° que les cafés à moins de 120 défauts et sans défaut rédhibitoire se localisent dans la zone A et ont tous une tasse au moins acceptable (cotation de 4 à 1).

2° que les cafés à moins de 120 défauts, mais contenant des défauts rédhibitoires, se situent tous dans la zone B et ont une tasse au minimum moins qu'acceptable (cotation de 5 à 8).

On remarque cependant deux exceptions : l'un de ces cafés a une tasse acceptable à moins qu'acceptable (cotation 4,5), mais un autre a une tasse acceptable à plus qu'acceptable (cotation 2,5) ; ce dernier est un beau café du Venezuela qui contenait cependant 8 fèves noires, pour 8,3 défauts au total.

3° que tous les cafés à plus de 120 défauts ont une tasse défectueuse (cotation 5 à 7) et se situent dans la zone C du diagramme.

Si on attribue un nombre adéquat de points de pénalité aux défectuosités rédhibitoires, on améliore la relation défauts en vert—goût. En attribuant 5 points à la fève noire et 50 points aux fèves puantes ou nettement rhumées, la relation, à quelques exceptions près, a une distribution de forme parabolique (cf. diagramme n° 4). Il existe bien une liaison monotone significative, mais la relation est lâche, ce qui n'a rien d'étonnant puisque :

a) la détermination de la valeur à la tasse est forcément imprécise,

b) l'échantillon de 300 g de café vert contient un nombre variable de fèves,

c) l'intervalle de confiance du nombre de défauts augmente avec ceux-ci, approximativement selon la racine carrée de leur nombre, comme le montrèrent PIMENTEL GOMES, NOGUEIRA et PARREIRA (3),

d) la numération des défauts groupe des défectuosités ayant une influence sur le goût, avec d'autres qui n'en ont pas.

L'équation de la courbe du diagramme n° 4 est approximativement :

$$y = 0{,}48 \sqrt{x}$$

Mais elle n'est valable que pour un nombre de défauts « x » compris entre 4,3 et 259 ; au-delà, on dépasserait le seuil de consommabilité : $y = 8$.

Pour obtenir une relation d'ordre général, une échelle gustative d'allure exponentielle conviendrait sans doute mieux.

RELATION ENTRE LES QUALITÉS A LA TASSE ET LES DÉFAUTS EN TORRÉFIÉ

A. — Le diagramme n° 5 expose ces relations en fonction du pourcentage en poids de fèves défectueuses. Il existe bien une relation monotone, mais trop de points se situent en dehors des zones où ils devraient se trouver. Ceci provient de ce que les défauts ne sont pas affectés d'un coefficient d'importance.

B. — La relation entre le nombre de défauts en torréfié et la qualité à la tasse n'est guère meilleure que celle montrée dans le diagramme n° 5. En affectant par exemple à la fève puante une valeur de 20 points, on n'améliore pas notablement la répartition.

La qualité à la tasse est en relation plus cohérente avec les défauts détectés en vert qu'avec ceux détectés sur café torréfié.

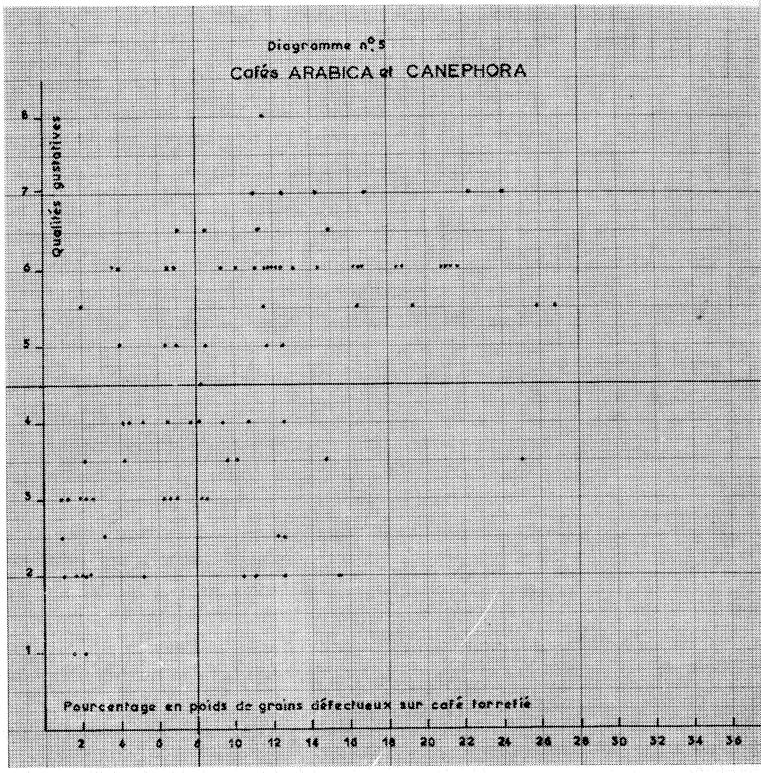


Diagramme n° 5

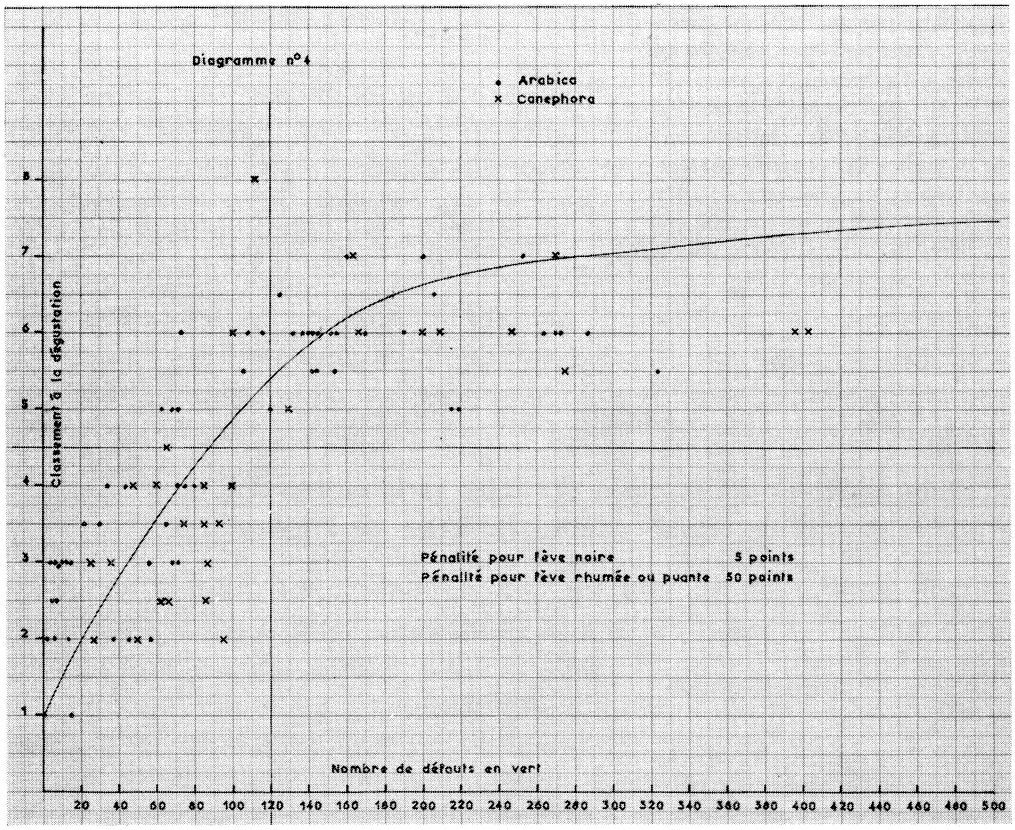


Diagramme n° 4

CONCLUSIONS

L'étude d'une centaine de cafés, tant Arabica que Canephora, en vue d'établir des critères de qualité de cafés verts et torréfiés pouvant servir de base à une éventuelle réglementation a montré :

a) Que le choix d'échantillons de 300 g de café vert, s'il est conforme aux usages généralement adoptés pour le commerce international, présente l'inconvénient de faire effectuer les expertises sur un nombre variable de grains (1.500 à 3.000 fèves dans les cas extrêmes) ; ceci diminue la valeur du dénombrement des défauts, tout comme le choix d'échantillons de 100 g de café grillé.

b) Le barème des défauts en vert mis à l'étude est très voisin de celui du décret du 2 juillet 1948 dont les modalités furent adoptées sans changement notable par les pays francophones d'Afrique occidentale, équatoriale et de Madagascar. Le nombre de défauts pour un café loyal et marchand serait de 120. En outre, la notion de défaut rédhibitoire (fève puante) et la limitation du nombre tolérable de certains autres (maximum de 5 fèves noires, de 5 défauts en cerises, 15 défauts en grains piqués et 15 défauts en brisures) sera sans doute admise. Ceci serait logique, à cause de la très grosse influence de certains de ces défauts sur le goût.

c) Le barème des défauts en torréfié mis à l'étude semble à première vue sans aucun lien avec celui des défauts en vert. Il prévoit un maximum de 40 défauts, mais aussi l'exclusion des fèves puantes et la limitation de certains autres défauts : 3 fèves noires et 3 défauts en brisures, au maximum. Eu égard au taux normal de torréfaction en France, de 20 % de perte de poids brute, les 100 g de café grillé correspondent à 240 g de café cru. Comme la relation entre défauts avant et après brûlage montre l'existence d'une régression linéaire $x = 2{,}4\ y$ (avec x = défauts en vert et y = défauts en torréfié), on voit qu'il y a une bonne concordance lorsqu'on applique dans la pratique ces deux barèmes apparemment sans lien entre eux. Mais il a été prévu également un classement déterminant le pourcentage en poids de fèves défectueuses, limité à 8 % ; aucun barème n'est appliqué ici.

d) Les relations entre les défauts en vert et les qualités à la tasse sont assez bonnes, surtout si on attribue un certain nombre de points aux défauts rédhibitoires (50 points pour grain puant ou fortement rhumé) ou assez graves pour justifier leur limitation (5 points par fève noire). Il existe alors une relation monotone significative d'allure parabolique, assez valable jusqu'à 259 défauts.

e) Les relations entre les défauts du café torréfié et les qualités à la tasse sont moins cohérentes que dans le cas des défauts en vert, même si on adopte une pénalité de 20 points par fève puante.

f) Bien que des critères sans influence sur le goût (coquilles, brisures, peaux, etc.) soient considérés simultanément avec d'autres qui peuvent altérer la liqueur, ces barèmes semblent constituer une base acceptable d'appréciation de la qualité, sans avoir recours à des tests de dégustation parfois difficilement réalisables, par exemple dans les laboratoires de répression des fraudes.

BIBLIOGRAPHIE

1. DEVONSHIRE (R. C.). — *Coffee Board of Kenya*, **14**, 162, pp. 104-105 (1949).
2. QUENOUILLE (M. H.). — Méthodes de Calcul Statistique Rapide, Paris 1964.
3. PIMENTEL GOMES (F.), NOGUEIRA (I. R.) et PAREIRA (P.). — Publ. SFCC-4- Secr. Agricultura Est. São Paulo, Dept. Produção Vegetal, p. 10, déc. 1963.

ANNEXE

Définition des fèves défectueuses des cafés verts et torréfiés établi par le groupe de travail café du Ministère de l'Agriculture

I. — CAFÉS VERTS

Les fèves puantes et les fèves défectueuses des cafés verts sont définies comme suit :

Fève puante : fève pouvant être d'aspect cireux, de couleur brun rougeâtre et dégageant à la **coupe récente** une odeur désagréable, souvent putride.

Fève avariée sèche : fève moussue ou fève vert de gris.

Fève en cerise : fruit desséché comportant toutes ses enveloppes.

Fève noire : fève dont la moitié, ou plus, est de couleur noire, extérieurement ou intérieurement.

Fève sure : fève pouvant être d'aspect cireux, de cou-

leur brun rougeâtre et dégageant à la **coupe récente** une légère odeur désagréable et étrangère à celle du café brut sain.

Fève en parche : fève enveloppée dans sa parche.

Fève demi-noire : fève dont moins de la moitié est de couleur noire extérieurement et intérieurement.

Fève blanche spongieuse : fève de couleur blanche ou blanchâtre, de consistance spongieuse analogue à celle du liège, c'est-à-dire dont les tissus peuvent s'enfoncer sous une faible pression de l'ongle.

Fève sèche : fève ridée et légère de couleur grisâtre ou noirâtre.

Fève immature : fève non mûre, de couleur verdâtre ou grisâtre, et en général à surface ridée.

Fève blanche : fève de couleur blanche, très légère, de densité inférieure à celle d'une fève saine de même format.

Fève indésirable : fève mal venue ou altérée intérieurement, n'entrant dans aucune des catégories d'imperfections nettement caractérisées prévues au présent article.

Brisure : partie de fève d'un volume inférieur à celui d'une demi-fève de même format.

Coquille (dite « oreille ») **:** partie de fève présentant une cavité.

Fève piquée ou scolytée : fève attaquée par des insectes présentant au moins :

— soit deux petits trous ou des galeries causées par le scolyte du grain (*Stephanoderes*) ou tout autre parasite,

— soit un grand trou causé par une bruche (*Araecerus*).

Grosse peau ou coque : fragment de l'enveloppe extérieure du fruit.

Petite peau ou parche : fragment de l'enveloppe de la fève.

Gros bois : brindille d'environ 3 cm de longueur.

Bois moyen : brindille d'environ 1 cm de longueur.

Petit bois : brindille d'environ 1/2 cm de longueur.

II. — CAFÉS TORRÉFIÉS

Les fèves défectueuses des cafés torréfiés proviennent, d'une part, des fèves défectueuses des cafés verts et, d'autre part, des fèves altérées lors de la torréfaction et des opérations annexes.

L'aspect extérieur, après élimination de l'enrobage, le cas échéant (structure, couleur, pigmentation) et souvent leur contexture interne tranchent nettement sur ceux des fèves saines.

Les fèves puantes et les fèves défectueuses sont définies comme suit :

Fève puante : fève dégageant, à la **coupe récente**, une odeur désagréable, étrangère au café, souvent putride ou rhumée.

Fève noire : fève (originellement noire) d'aspect charbonneux, terne en l'absence d'enrobage, généralement granuleuse en surface.

Fève carbonisée : fève noirâtre, de texture rappelant le charbon de bois, s'écrasant aisément en se réduisant en fines particules sous la pression des doigts.

Fève en cerise : fruit desséché possédant tout ou partie de son enveloppe avec sa ou ses graines.

Fève en parche : fève enveloppée entièrement ou partiellement de sa parche.

Fève demi-noire : fève dont moins de la moitié est d'aspect charbonneux.

Fève marbrée ou tachée : fève torréfiée présentant des irrégularités de coloration superficielle, généralement friable et possédant souvent un mauvais goût.

Fève indésirable : fève d'aspect défectueux, se coupant généralement aisément sans se pulvériser et n'entrant dans aucune des catégories prévues au présent article ; réintroduite dans la partie épurée de l'échantillon, celle-ci se trouve aisément.

Fève pâle : fève jaune à brun clair. Elle peut dégager parfois une mauvaise odeur quand on l'écrase, ou être de consistance non friable et insuffisamment torréfiée.

Fève piquée ou scolytée : fève attaquée par des insectes présentant au moins :

— soit deux petits trous ou des galeries causées par le scolyte du grain (*Stephanoderes*) ou tout autre parasite,

— soit un gros trou causé par une bruche (*Araecerus*).

Brisure : partie de fève d'un volume inférieur à une demi-fève ; on distingue celles qui sont retenues par la passoire modèle 36 définie par la norme NF X 11-501 (diamètre des trous : 4 mm), qui sont comptées et celles qui passent à cette passoire, qui sont pesées.

Grosse peau ou coque : fragment de l'enveloppe extérieure du fruit.

Petite peau ou parche : fragment de l'enveloppe de la fève.

Gros bois : brindille d'environ 3 cm de longueur.

Bois moyen : brindille d'environ 1 cm de longueur.

Petit bois : brindille d'environ 1/2 cm de longueur.

WILBAUX (R.), HAHN (D.). — **Les relations entre les défauts des cafés verts ou torréfiés et les qualités à la tasse.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 212-222, fig. ref.

L'étude d'une centaine de cafés, tant Arabica que Canephora, en vue d'établir des critères de qualité de cafés verts et torréfiés, pouvant servir de base à une éventuelle réglementation a montré :

a) Que le choix d'échantillons de 300 g de café vert, s'il est conforme aux usages généralement adoptés pour le commerce international, présente l'inconvénient de faire effectuer les expertises sur un nombre variable de grains (1.500 à 3.000 fèves dans les cas extrêmes) ; ceci diminue la valeur du dénombrement des défauts, tout comme le choix d'échantillons de 100 g de café grillé.

b) Le barème des défauts en vert mis à l'étude est très voisin de celui du décret du 2 juillet 1948 dont les modalités furent adoptées sans changement notable par les pays francophones d'Afrique occidentale, équatoriale et de Madagascar. Le nombre de défauts pour un café loyal et marchand serait de 120. En outre, la notion de défaut rédhibitoire (fève puante) et la limitation du nombre tolérable de certains autres défauts (maximum de 5 fèves noires, de 5 défauts en cerises, 15 défauts en grains piqués et 15 défauts en brisures) sera sans doute admise. Ceci serait logique, à cause de la très grosse influence de certains de ces défauts sur le goût.

c) Le barème des défauts en torréfié mis à l'étude semble, à première vue, sans aucun lien avec celui des défauts en vert. Il prévoit un maximum de 40 défauts, mais aussi l'exclusion des fèves puantes et la limitation de certains autres défauts : 3 fèves noires et 3 défauts en brisures, au maximum.

Lorsqu'on applique dans la pratique ces deux barèmes apparemment sans lien entre eux on voit qu'il y a une bonne concordance.

d) Les relations entre les défauts en vert et les qualités à la tasse sont assez bonnes, surtout si on attribue un certain nombre de points aux défauts rédhibitoires ou assez graves pour justifier leur limitation.

e) Les relations entre défauts du café torréfié et qualité à la tasse sont moins cohérentes que dans le cas des défauts en vert.

f) Bien que des critères sans influence sur ce goût (coquilles, brisures, peaux, etc.) soient considérés simultanément avec d'autres qui peuvent altérer la liqueur, ces barèmes semblent constituer une base acceptable d'appréciation de la qualité sans avoir recours à des tests de dégustation.

WILBAUX (R.), HAHN (D.). — **Relations between the defective beans of green or roasted coffee and the liquoring quality.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 212-222 fig., ref.

About hundred Arabica and Canephora coffees have been studied in order to evaluate the quality of the liquor by counting defective beans with the view of possibly drawing up regulations. The tests showed :

a) Although the weight of 300 g for samples of raw coffee is of general use in the world trade, it has the disadvantage that testing has to be carried out on a variable number of beans (for instance 1.500 to 3.000 beans in extreme cases) ; this method gives a less valuable estimation of the defects. The same disadvantage will happen with samples of 100 g of roasted coffee.

b) The scale for defective beans in raw coffee which we examined is very similar to the one used by the French speaking producing countries of West Africa, Equatorial Africa and Madagascar. The limit of the tolerated defects in sound commercial coffees should be 120. Besides, in view of consumer resistance, stinkers should not be admitted and some other defects should be restricted : a maximum of 5 black beans, 15 defects as brokens, 5 defects as berries and 15 defects as bored beans.

This is a sound basis as some of these defects will seriously taint the liquor.

c) The scale for defective beans in roasted coffee seems apparently without relation to that of raw coffee. The limit of tolerated defects should be 40. Stinkers should not be admitted and black beans as well as brokens should be limited to three defects.

When applied in practice, these two apparently unrelated scales are in close agreement.

d) The relations between the defects of green coffee and the liquoring quality are quite close, especially if a certain number of points are given for defects which might affect sales.

e) Relations between the defects of roasted coffee and the liquoring quality are not as good as in the case of the defects of green coffee.

f) Though factors without any influence on the cup (shells, brokens, skins, etc...) are considered together with other factors able to give taints, these scales can be admitted as an acceptable basis for judging the quality, without practising a cup test.

WILBAUX (R.), HAHN (D.). — **Die Beziehungen zwischen den Fehlern der Roh- und Röstkaffees und der Tasseneigenschaften.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 212-222, fig., ref.

Die Prüfung von etwa hundert Kaffeeproben der Arabica und Canephora Arten zur Festsetzung der Qualitätsmerkmale von Roh- und Röstkaffees, die als Grundlage für eine eventuelle Reglementierung dienen könnten, zeigte dass :

a) Die Wahl von Rohkaffeeproben von je 300 g obwohl den im internationalen Handel üblichen Usancen entsprechend dennoch den Nachteil aufweist, dass die Untersuchungen sich auf eine wechselnde Anzahl Bohnen (1.500 bis höchstens 3.000 Bohnen) beziehen ; dies vermindert den Wert der Zählung der Fehler ebenso wie die Wahl von Röstkaffeeproben von je 100 g.

b) Das zur Prüfung stehende Bareme der Fehler des Rohkaffees sinnverwandt ist mit dem Dekret vom 2. Juli 1948, dessen Bestimmungen ohne grosse Änderung von den französisch sprechenden Ländern Westafrikas, Äquatorialafrikas und Madagaskar übernommen wurden. Die Zahl der Fehler für einen einwandfreien handelsüblichen Kaffee wurde mit 120 angegeben. Ausserdem wird der Begriff des redhibitorischen Fehlers (stinkende Bohne) und die Begrenzung der annehmbaren Zahl gewisser anderer Fehler (höchstens 5 schwarze Bohnen, 5 Fehler bei der Kaffeekirsche, 15 Fehler bei wurmigen Bohnen und 15 Fehler bei gebrochenen Bohnen) vermutlich angenommen werden. Es wäre dies logisch angesichts des grossen Einflusses gewisser dieser Fehler auf den Geschmack.

c) Das zur Prüfung stehende Bareme der Fehler des Röstkaffees auf den ersten Anblick in keiner Beziehung zu dem der Fehler des Rohkaffees zu stehen scheint. Es sieht eine Höchstzahl von 40 Fehlern vor, aber auch den Ausschluss der Stinkenden Bohnen und die Begrenzung gewisser anderer Fehler : höchstens drei schwarze Bohnen und drei Gebrochene Bohnen. Bei der praktischen Anwendung dieser beiden scheinbar nicht zusammenhängenden Bareme zeigt es sich, dass eine gute Übereinstimmung besteht.

d) Die Beziehungen zwischen den Fehlern des Rohkaffees und den Tassenqualitäten ziemlich gut sind besonders wenn eine gewisse Punktzahl den redhibitorischen Fehlern oder solchen die genügend schwerwiegend sind, um ihre Begrenzung zu rechtfertigen, zugesprochen wird.

e) Die Beziehungen zwischen den Fehlern des Röstkaffees und den Tassenqualitäten weniger übereinstimmend sind als bei Fehlern bei Rohkaffee.

f) Trotzdem Merkmale ohne Einfluss auf den Geschmack (Fruchtschale, gebrochene Bohnen, Samenhaut) zugleich mit anderen, welche das Getränk verderben könnten, in Betracht gezogen werden, diese Bareme eine annehmbare Grundlage für die Einschätzung der Qualität abzugeben scheinen, ohne dass Degustationsprüfungen vorgenommen werden müssen.

WILBAUX (R.), HAHN (D.). — **Relaciones entre los defectos de los cafés verdes o tostados y las cualidades de la bebida.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 212-222, fig. ref.

El estudio de unos cien cafés, tanto Arabica como Canéphora, que tuvo por objeto establecer criterios de cualidad de los cafés verdes y tostados, en que se pudiese basar una eventual reglamentación, mostró :

a) Que la elección de muestras de 300 g de café verde, aunque conforme a los usos generalmente adoptados en el comercio internacional, tiene el inconveniente siguiente : se efectúan las peritaciones con un número variable de granos (entre 1.500 y 3.000 granos) lo que disminuye el valor de la enumeración de los defectos, así como la elección de muestras de 100 g de café tostado.

b) El baremo de defectos de los cafés verdes que se ha estudiado semeja mucho al del decreto del 2 de julio de 1948 cuyas modalidades fueron adoptadas sin modificación importante por los países de habla francesa situados en Africa occidental, en Africa ecuatorial y en Madagascar. El número de defectos para un café de ley y recibo sería de 120. Además se admitirán probablemente la noción de defecto redhibitorio (grano hediondo) y la limitación del número tolerable de otros defectos (un máximo de 5 granos negros, 5 defectos de cerezas, 15 defectos de granos brocados y 15 defectos de granos rotos). Esta limitación sería lógica, dada la influencia muy grande de algunos defectos sobre el gusto.

c) A primera vista el baremo estudiado de los defectos del café tostado parece sin relación alguna con el baremo de los defectos del café verde. El primero establece un máximo de 40 defectos, pero excluye los granos hediondos y limita algunos defectos : un máximo de 3 granos negros y 3 defectos de granos rotos. Pero, cuando en la práctica se aplican los dos baremas, se nota una buena concordancia.

d) Son bastante buenas las relaciones entre los defectos del café verde y las cualidades de la bebida, sobre todo si se distribuyen puntos a los defectos redhibitorios o a los defectos bastante graves para justificar su limitación.

e) Las relaciones entre los defectos del café tostado y las cualidades de la bebida son menos coherentes que en el caso de los defectos del café verde.

f) A pesar de que unos criterios sin influencia sobre el gusto (cáscaras, granos rotos, pieles, etc.) se consideran simultaneamente con otros que pueden alterar la bebida, estos baremos parecen constituir una base aceptable para la apreciación de la cualidad sin que sea preciso recurrir a las pruebas de catadura.

WILBAUX (R.), HAHN (D.). — **Relações entre os defeitos do café cru ou do torrado e a qualidade do café como bebida.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 212-222, fig., ref.

O estudo de uma centena de cafés, tanto Arábica como Canefora, com vista a estabelecer critérios de qualidade de cafés crus e torrados, podendo servir de base a uma eventual regulamentação, mostrou :

a) Que a escolha de amostras de 300 g de café cru, se está conforme aos usos geralmente adoptados pelo comércio internacional, apresenta o inconveniente de se efectuar a peritagem sobre um número variável de grãos (1.500 a 3.000 granos nos casos extremos). Isto diminui o valor da contagem dos defeitos, o mesmo acontecendo com a amostra de 100 g de café torrado que normalmente se usa.

b) A tabela de defeitos do café cru, em estudo, está muito próxima da do decreto de 2 de Julho de 1948, cujas modalidades foram adoptadas sem alterações notáveis pelos países de expressão francesa de África ocidental, equatorial e de Madagascar. O número de defeitos para um café genuíno e comercial é de 120. Além disto, considera-se a noção de defeito redibitório (grão podre) e a limitação do número de outros que se admitem (máximo de 5 graos pretos, de 5 defeitos em coco, 15 defeitos em grão furado e 15 defeitos em grão partido), o que se compreende dada a grande influência de alguns destes defeitos sobre o gosto.

c) A tabela de defeitos do café torrado, em estudo, parece à primeira vista sem nenhuma ligação com a dos defeitos do café cru. Ela prevê não só um máximo de 40 defeitos, mas também a exclusão do grão podre e a limitação de outros defeitos: 3 graos pretos e 3 defeitos em grão partido, no máximo.

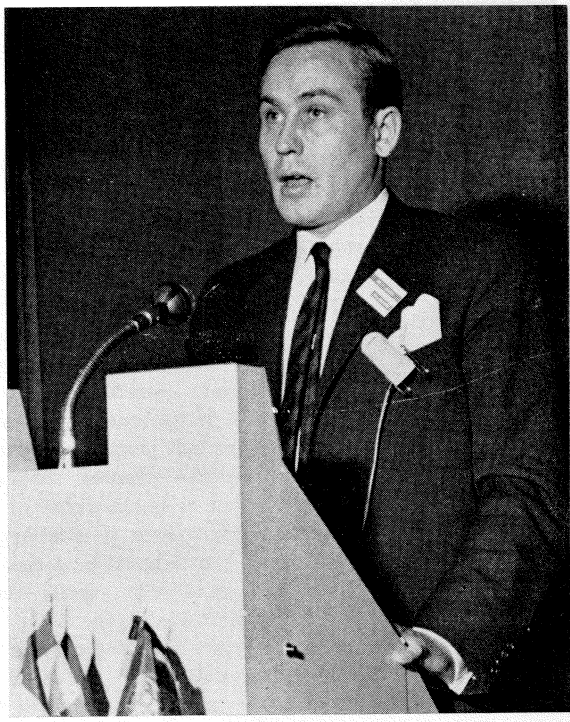
Quando se aplicam na prática estas duas tabelas, aparentemente sem ligação, vê-se que existe entre elas concordância ;

d) A relação entre os defeitos do café cru e a qualidade da bebida é bastante boa sobretudo se se atribuir um certo número de pontos aos defeitos redibitórios, bastante graves para justificar a sua limitação.

e) A relação entre os defeitos do café torrado e a qualidade da bebida é menos coerente que no caso dos defeitos do café cru.

f) Estas tabelas parecem constituir base aceitável de apreciação da qualidade, embora certos defeitos sem influência sobre o gosto (casca, grão partido, película, etc.) sejam considerados simultâneamente com outros que podem alterar a bebida.





LE CAFÉ DANS LA DIÉTÉTIQUE

D. NEDDE

Hag Aktiengesellschaft, Bremen

« La tendance au plaisir — c'est-à-dire le besoin de se procurer des sensations de plaisir — ne connaît pas de limites ». Cette phrase de KAPP (1), spécialiste des questions alimentaires, caractérise de façon très pertinente le phénomène de l'utilisation des stimulants ; elle en indique la cause physiologique et fait implicitement allusion au danger de doses excessives, donc de l'abus, qui peut être l'origine de détériorations sérieuses de la santé. Le développement de la consommation de stimulants dans la République Fédérale Allemande pendant les cinq dernières années semble confirmer cette « tendance illimitée au plaisir ». Dans ce même laps de temps, la consommation de cigarettes et de cigares a augmenté de 65 à 89 milliards d'unités, la consommation d'alcool — non compris la consommation de vin, bière et champagne — de 0,9 à 1,5 million d'hectolitres et la consommation de café torréfié de 124.000 à 130.000 tonnes (2). Le café avec 116,1 l par individu et par an vient en tête de toutes les boissons, devant le lait (107,1) et la bière (114,2). Le développement en France est à peu près identique : la consommation de café par an et par individu est de 112,5 l (3).

Mais le fait que le café soit devenu une boisson populaire quotidienne, ne peut faire oublier que le café figure parmi les stimulants. Sa valeur nutritive est extrêmement basse, on le boit à cause de sa saveur aromatique et de son effet stimulant. C'est pourquoi le café n'a pas, par principe et par nature, sa place dans la diététique.

La seule question qui se pose est : dans quelles sortes de régimes la consommation de stimulants est-elle sans inconvénient ? C'est-à-dire : est-il possible d'éliminer quelques-unes des substances physiologiquement actives tout en conservant les vertus gustatives de la boisson — surtout pour l'effet psychique qu'elles exercent en adoucissant la sévérité d'une alimentation obligatoirement monotone, parce que thérapeutiquement nécessaire ?

Afin d'éliminer certaines substances physiologiquement actives, le café est soumis à un traitement industriel. Ce traitement est effectué soit sur le café vert, par exemple par décaféination (4), ou par atténuation (5), soit lors de la torréfaction, comme c'est le cas dans la torréfaction à l'air chaud (6), soit après la torréfaction comme par exemple par réfrigération avec de l'acide carbonique (7).

Pour la décaféination, on fait gonfler les grains de café vert dans un bain de vapeur. La caféine en dissolution est transformée en extrait pur grâce à une matière chimique. Le procédé d'atténuation d'après LENDRICH est également à base de vapeur, mais n'élimine cependant pas la caféine des grains de café vert. A l'opposé de la torréfaction dans le tambour traditionnel, les grains de café sont torréfiés plus rapidement à l'air chaud. La réfrigération par l'acide carbonique, d'après le procédé de BACH, est employée après la torréfaction ; les grains de café torréfié sont soumis à un refroidissement par acide carbonique détendu de moins 20 ° à moins 30 °.

Cette énumération de différents procédés de traitement du café ne prétend pas être complète.

Un essai pour présenter, par une méthode analytico-chimique, la transformation des substances du café par des procédés de traitement différents a été entrepris par le Dr ALBANESE (8) lors du 1er Colloque de l'I. F. C. C. Toutefois, ses efforts n'avaient pas pour but de montrer la transformation subie par les grains, mais plutôt d'indiquer les proportions qui, dans une infusion

de café, sont seules déterminantes pour que le café soit supportable.

Etant donné que les cafés de provenances différentes, de degrés de torréfaction différents et particulièrement de préparations différentes, présentent des variations énormes dans leur teneur en certaines substances, un café vert de provenance déterminée a été soumis à des méthodes de traitement différentes et, après torréfaction contrôlée, à un même procédé de préparation. Des quelque 300 substances du café que l'on a pu déterminer jusqu'à présent grâce à la chromatographie en phase gazeuse, certaines ont été définies quantitativement et qualitativement comme étant selon nous d'une importance particulière. Ces expériences ont été faites, par rapport à un café brut de Colombie, sur un café traité à la vapeur concentrée, sur café décaféiné traité également à la vapeur concentrée et sur un café avec caféine traité à l'acide carbonique. Tandis qu'un café traité à l'acide carbonique ne se distinguait que peu ou pas du tout d'un café non traité, on obtenait sur le café avec caféine traité à la vapeur des résultats différents quant à la teneur en substances solubles d'éther éthylique, d'acide chlorogénique, de tannins de mercaptan méthylique et de mannane. Une réduction spécialement frappante de ces substances a pu être remarquée sur un café décaféiné dont on avait réduit la teneur en caféine à quelques traces qui ne dépassaient pas le seuil d'effet physiologique.

On voit ainsi que des cafés d'un effet physiologique différent se distinguent par les substances suivantes contenues dans la boisson : la caféine, les corps gras du café torréfié, l'acide chlorogénique, et par les substances aromatiques volatiles.

L'histoire de **la caféine** est connue ainsi que l'effet de cet alcaloïde : accélération de l'activité du cœur, accroissement de la tension nerveuse, dissipation du sommeil, réactions sur le tube digestif, etc... L'ordonnance médicale indique pour la caféine : doses de 0,05 à 0,2 g prises quotidiennement à plusieurs reprises, sous forme de cachets pour activer la diurèse, l'activité du cœur, la respiration ainsi que le tonus vasculaire, spécialement tout le système nerveux central, et surtout, dans les dépressions nerveuses, pour supprimer les angiospasmes périphériques. Des doses excessives peuvent susciter des états d'énervement graves (15 g de café = 1 tasse de café fort = 0,15 g de caféine) (9). Dans 100 ml d'infusion de 5 g de café, 62 mg de caféine correspondent à 197 mg d'acide chlorogénique.

L'acide chlorogénique a été isolé des grains de café pour la première fois en 1846 par PAYEN, et ainsi nommé parce que sa solution alcaline prend une coloration verte lorsqu'on l'expose à l'air. L'acide chlorogénique est souvent appelé, à tort, acide tannique de café ou tannin du café. Il est lié à la caféine par la nature du grain de café vert. La caféine, en sa qualité de sel double de caféine de potassium, précède l'acide chlorogénique. La caféine de potasse d'acide chlorogénique est un composé très dilué qui se décompose en grande partie pendant la torréfaction. La teneur en acide chlorogénique est beaucoup plus élevée dans le café vert que dans le café torréfié. Par le procédé de torréfaction, 50 % de l'acide chlorogénique sont détruits ; il se décompose partiellement en acide de café et en acide de quinquina. L'acide chlorogénique est une des substances végétales les plus répandues. Il est présent dans les épinards, le poireau, les asperges en quantité plus grandes que dans le café, que dans la boisson de café ainsi que dans les cerises, les pêches et les pommes. Les recherches sur l'effet physiologique et pharmacologique de l'acide chlorogénique ont donné peu de résultats (10). Dans un résumé, le Professeur H. D. CREMER, physiologue diététicien, conclut qu'il ne faut pas attribuer à l'acide chlorogénique présent dans le café les phénomènes nocifs observés assez souvent dans le tube digestif (11).

Les corps gras du café et les substances aromatiques se trouvant dans 100 ml d'une infusion de 5 %, représentés par 80 mg environ, sont, selon leur nature, très différents. Parmi eux se trouvent aussi des substances aromatiques volatiles que l'on peut définir comme des extraits solubles d'éther éthylique, ou bien d'éther de pétrole provenant d'infusion de café. Récemment, des recherches furent effectuées à l'Institut de Chimie Physiologique de l'Université de Mayence (Institut für Physiologische Chemie der Universität Mainz) afin de déterminer l'efficacité des corps gras du café. D'après le Professeur LANG, le point de départ pour ces recherches était de savoir si les corps gras du café pouvaient, le cas échéant, être utilisés comme graisses alimentaires. Cependant, lors de recherches aux cours desquelles différentes substances furent injectées à des œufs de poule couvés, les corps gras du café se sont révélés beaucoup plus toxiques que les autres matières grasses alimentaires. Le résultat donnait la dose létale 50, c'est-à-dire la quantité de substance qui tue 50 % des animaux soumis à l'expérience. Elle était plus faible pour les corps gras du café que pour les corps gras alimentaires. Bien que l'effet pharmacologique des corps gras du café soit toujours inconnu, le Professeur LANG concluait des résultats acquis que les corps gras du café — dans la mesure où ils n'existent qu'en faible dose dans une infusion de café — ne sauraient être d'une grande importance pour l'homme.

De différents côtés, certains **produits dits lacrymogènes** provenant de la torréfaction (12) furent considérés comme la cause des phénomènes nocifs provoqués par le café. Parmi ces produits lacrymogènes se classent — comme nous le savons depuis les études révolutionnaires de REICHSTEIN et STAUDINGER (13) — beaucoup de combinaisons de soufre. A l'état pur et concentré, elles produisent des sensations désagréables. C'est le cas, par exemple, de l'anhydride sulfureux, de l'acide sulfhydrique et avant tout des combinaisons de mercaptan. Ces combinaisons de mercaptan sont décrites dans la pharmacologie comme particulièrement nocives pour l'appareil digestif. Elles se répandent dans l'estomac

par une concentration d'acide chlorhydrique avec la valeur pH = 1 et sont ainsi nocives. Les quantités de mercaptan contenues dans une infusion de café ne s'y trouvent que dans la proportion de simples traces. Tandis qu'un café de consommation avec caféine, non traité, donne dans 100 ml d'infusion de 5 g de café, 50 gamma de mercaptan, présenté comme mercaptide mercurique, la teneur de mercaptan dans un café décaféiné, traité à la vapeur, est tout juste de 20 gamma.

D'autre part, pour avoir des éléments de comparaison sur le degré de nocivité de ces différentes substances du café, notamment de la caféine, de l'acide chlorogénique, des corps gras du café et des mercaptans, je vous renvoie aux recherches de l'Institut Physiologico-Chimique de l'Université de Mayence (Physiologisch-Chemisches Institut der Universität Mainz) grâce auxquelles furent déterminées les différents degrés d'excitation produits sur le système nerveux par ces substances et ceci au moyen de la méthode d'estimation du seuil spasmodique appliquée sur des rats. Il en résulte que la proportion d'efficacité entre la caféine, l'acide chlorogénique et les corps gras du café était la suivante : 1 : 6 : 20, c'est-à-dire que l'acide chlorogénique exerçait seulement le sixième et les corps gras du café seulement le vingtième de l'effet de la caféine (14). D'après des résultats de récentes recherches, il faut cependant se demander s'il s'agit là d'un effet synergique, c'est-à-dire si les effets des différentes substances du café s'ajoutent entre eux. Une solution de caféine prise comme élément d'une boisson de café, ne donne pas d'indication concernant le degré d'efficacité des autres substances restantes. La méthode des examens de toxicité que l'on tend à employer pour la détermination du degré d'efficacité dans la pharmacologie montre, lorsque certaines substances du café sont éliminées, qu'une diminution du degré de toxicité peut vraiment être obtenue. Par rapport au café non traité, la dose létale 50 du café avec caféine traité avec de la vapeur se trouve augmentée. Le degré de toxicité d'un café sans caféine se situe même au-dessous de celui d'un bouillon gras. Même si les différents facteurs ne semblent pas s'ajouter dans le café, les résultats des travaux scientifiques récents indiquent que la caféine joue un rôle d'excipient, c'est-à-dire, que la présence de caféine entraîne une augmentation d'efficacité des autres substances. Il en résulte que l'on ne peut uniquement considérer les substances autres que la caféine isolément, mais qu'il faut bien plus les considérer en association naturelle avec la caféine et cette constatation entraînera bien des recherches scientifiques sur le café. Dans la mesure où les expériences effectuées sur des animaux se bornent à déterminer l'effet quantitatif des différentes substances du café, aucune affirmation n'est possible quant à leur effet qualitatif.

LE CAFÉ ET LE SYSTÈME NEURO-VÉGÉTATIF

Ce que l'on a déjà pu constater au cours des essais sur les animaux, à savoir l'effet des substances du café sur le système nerveux central qui se manifeste par l'abaissement du seuil spasmodique chez le rat, se confirme également dans les récentes recherches cliniques, dont le but est de déterminer l'effet du café sur le système nerveux végétatif. Grâce au test de fibrillation, les différents effets du café avec caféine, du café sans caféine et du café avec caféine traité à la vapeur ont pu être constatés. Le test de fibrillation, basé sur la faculté qu'a l'homme d'assimiler des rayons lumineux se succédant rapidement, est considéré, dans la médecine comme un instrument de mesure pour l'irritabilité du système nerveux végétatif (15). Il résulte de ces expériences des signes d'irritabilité accrue, d'irrégularité de la circulation et de surexcitation du système nerveux végétatif. Ces signes se manifestent par une augmentation de la fréquence de fibrillation, que l'on observe également après la consommation de café décaféiné, mais à un degré moins élevé. Ces résultats ont aussi été confirmés récemment par plusieurs expériences psycho-techniques. Ainsi, le Professeur GRAF a effectué à l'Institut de Physiologie du Travail à Dortmund (Institut für Arbeitsphysiologie, Dortmund) des expériences en laboratoire, dont l'objet était de déterminer l'effet de différents stimulants comme la caféine et la pervitine sur le comportement d'un conducteur d'automobile. Ces résultats, intéressant particulièrement les problèmes médicaux de la circulation automobile, indiquent qu'une dose de 200 mg de caféine, ce qui correspond à peu près à deux tasses de café fort, a déjà pour effet une conduite précipitée avec des réactions exagérées qui ne permettent plus une adaptation adéquate aux difficultés de la circulation. Il est à noter que cette irritabilité accrue a pu être constatée même après plusieurs heures. Ces expériences en laboratoire effectuées à l'Institut de Dortmund, et concernant le comportement du conducteur, ont trouvé récemment un complément dans des expériences à l'Institut de Médecine Légale et Sociale de Francfort (Institut für gerichtliche und soziale Medizin der Universität Frankfurt). L'objet de l'expérience était de déterminer la différence de comportement après consommation de café avec caféine et sans caféine. Grâce à un appareil psycho-technique, mis au point par le Professeur BRÜNER pour la médecine aéronautique, le résultat de ces recherches est le sui-

vant : le rendement « psycho-moteur » n'est amélioré que provisoirement par une quantité de 300 ml de café. Sur des personnes fatiguées, l'augmentation du rendement n'a qu'un effet de 10 minutes environ. Ensuite, le rendement tombe au-dessous de la normale. La comparaison avec le café sans caféine n'accuse pas une augmentation de rendement aussi nette, mais la chute au-dessous de la normale ne se produit pas et l'augmentation du rendement dure longtemps. Le Professeur LUFF en a déduit le comportement du conducteur de la façon suivante : avec la caféine, la fatigue du conducteur n'est dissipée que pour quelques minutes ; ensuite les facultés de conduite sont réduites considérablement, car l'effet stimulant n'est obtenu qu'au préjudice des réserves et les facultés déjà diminuées par la fatigue sont encore amoindries (16).

Le Professeur GRAF de l'Institut Max-Planck pour la Physiologie du Travail (Max-Planck-Institut für Arbeitsphysiologie) a fait la déclaration suivante concernant les phénomènes qu'il a observés : étant donné que le but du passage de l'ergotropie à l'histotropie, c'est-à-dire au repos, est la récupération de nos facultés de rendement, nous ne pouvons pas procéder régulièrement à l'utilisation du café sans inconvénient pour le maintien de ces facultés, car il ne s'agirait pas dans ce cas d'une légère stimulation, mais d'une excitation violente et d'un gaspillage de forces (17).

Ces recherches, qui apportent la preuve d'une diminution des facultés de rendement après consommation de café avec caféine, sont d'une importance secondaire quant à la question du dosage du café dans certaines formes de régime. Elles démontrent toutefois l'effet du café concentré dans le sens d'une irritabilité accrue du système neuro-végétatif. Les conséquences de ces accroissements d'irritabilité sont des troubles du système neuro-végétatif qui sont dans le domaine clinique d'une importance particulière. Cet accroissement d'irritabilité entraîne des troubles du sommeil. Mais on constate également sur des sujets différents des effets différents.

Tel sujet est atteint d'insomnie après absorption de petites doses de café avec caféine, tel autre peut dormir plusieurs heures durant après absorption d'une forte dose. De différents côtés on s'est efforcé de trouver une solution à ce problème ; ainsi l'ancien interne de Hambourg, le Professeur BRAUER, et le pharmacologue d'Athènes, le Professeur JOACHIMOGLU (18) ont effectué des recherches sur le sommeil. Ils ont constaté, en règle générale, sur des sujets habitués à la caféine, des troubles du sommeil et une intensité de sommeil réduite qui entraînent un manque de sommeil. Si, pour éviter ces troubles du sommeil, on emploie des barbituriques ou d'autres sédatifs, la fatigue matinale due à ces somnifères est à son tour combattue au moyen de café fort. Il en résulte un cercle vicieux qui peut donner lieu à de sérieux troubles de santé. Normalement, l'absorption de café non décaféiné ne fait que renforcer l'instabilité émotive.

Différents chercheurs ont observé sur certains sujets, selon leur état vagotonique ou sympathicotonique, des troubles bradycardiques ou tachycardiques avec de désagréables palpitations du cœur et des états hypoglycémiques. Ce sont surtout les sujets atteints de vagotonie du type leptosomes qui ont tendance à l'hypotonie et à la réduction des valeurs du sucre sanguin après absorption de café non décaféiné.

On observe chez eux une apathie, une fatigue rapide, des sueurs, des crises hypoglycémiques. Pour les raisons indiquées plus haut, la thérapeutique fréquemment employée sur les hypotoniques ne semble pas être opportune, notamment l'administration de café ayant pour but un bref soulèvement de la tension artérielle (19). Dans ce cas, on n'exerce aucune thérapie ; au contraire l'instabilité existant chez l'hypotonique est encore renforcée.

L'effet du café sur le système neuro-végétatif est d'une importance particulière pour l'important groupe des stigmatisés végétatifs, dont le diagnostic général est une dystonie végétative. Assez souvent le médecin a recours à la thérapeutique sédative, dont il faut dire précisément qu'elle n'est pas troublée du point de vue diététique par des doses de stimulants centraux tels que le café.

LE CAFÉ ET LA CIRCULATION SANGUINE

Alors que la science médicale professe une opinion unanime quant à l'effet du café sur le système nerveux central, dans le sens d'une irritabilité accrue du système neuro-végétatif, les opinions concernant l'utilité ou les inconvénients de la caféine et des boissons avec caféine lors de maladies du cœur et de la circulation sont partagées. La raison en est premièrement qu'une série d'affirmations toujours réitérées est inexacte ou bien insuffisamment probante du point de vue clinique et expérimental. Par erreur, les effets positifs ou négatifs du café sur le cœur et la circulation ont été assez souvent attribués à la caféine seule, quoique le café contienne quelques autres substances qui ont un effet sur le cœur, la circulation et les vaisseaux sanguins. Ainsi l'on trouve environ 700 mg de potassium dans une quantité quotidienne de deux fois deux (2 × 2) tasses de café fort, donc une dose à laquelle il faut attribuer, dans le cas d'insuffisance cardiaque, un effet nettement diurétique et cardiotonique. Dans cette quantité de café quotidienne, mentionnée ci-dessus (20), il y a en outre

des substances fondamentales, des flavones qui ont, en tant que facteurs-P, des qualités rendant les vaisseaux étanches, des quantités considérables d'amide nicotinique, qui, à côté de ses qualités de vitamine, possède aussi les qualités de la choline, substance agissant également sur la circulation.

L'effet du café sur le cœur et la circulation de l'homme n'est pas contrôlable en mesurant la tension et la fréquence du pouls. On le constate cependant grâce aux différentes intensités de la circulation qui sont soumises à une influence spécifique : la diminution relative de la période d'expulsion ventriculaire est accompagnée, lors de l'augmentation du volume systolique, par une augmentation de l'activité du cœur. L'effet spécifique du café sur la circulation apparaît tout particulièrement dans la circulation périphérique (21) ainsi qu'on peut le constater par la mesure photo-électrique de la diminution du volume des pulsations, de la saturation de O_2, etc. Tandis que le café n'a pas un effet continu d'hypertension sur un sujet bien portant, la caféine et les boissons contenant de la caféine peuvent cependant provoquer sur les hypertendus une augmentation de tension. La caféine est donc contre-indiquée dans les cas d'hypertonie prononcée dans lesquels il faut éviter une augmentation de l'activité du cœur. Les boissons caféinées sont également à proscrire pour tous les cas d'insuffisance cardiaque où une augmentation du volume systolique doit être évitée. Par contre, le café est indiqué dans les cas d'insuffisance cardiaque qui, par suite d'un cas de collapsus ou de pré-collapsus, nécessitent une augmentation de l'excitabilité centrale. Les effets du café sur des sujets dépourvus de troubles de circulation se manifestent de toute évidence par une transposition de la réactivité, et également par la réaction ergotrope. Cependant, les effets cardiotoniques positifs du café, qui sont tout à fait indiqués pour les insuffisances du cœur, ne proviennent pas de la caféine, mais, selon des recherches récentes (20), sont dus à la teneur élevée en potassium du café, ce qui lui donne également un effet diurétique. On constate toujours à nouveau que l'effet du café sur la dynamique du cœur et de la circulation ne doit pas être considéré à part, mais seulement en relation étroite avec l'effet du café sur le système nerveux central.

LE CAFÉ ET L'APPAREIL DIGESTIF

L'effet du café, dans le sens d'une amplification de l'excitation dont il a été plusieurs fois question, se révèle aussi clairement dans les fonctions digestives. Après absorption de café, on observe une augmentation des sécrétions de l'estomac qui peut provoquer des aigreurs, des indispositions et des nausées. Cela va de pair avec une protéolyse accrue de pepsine et de catepsine. Le péristaltisme subit une accélération et la diurèse est augmentée. Aujourd'hui, le médecin emploie encore pour le diagnostic de l'estomac une boisson-test caféinée, selon la méthode de KALK et KATSCH qui utilise l'effet d'attraction de la caféine sur l'acide. En effet, on observe presque toujours après absorption de café avec caféine une production d'acide chlorhydrique. Grâce à un ferment concentré on provoque donc une irritation non physiologique qui ne donne pas de réaction correspondante dans l'estomac à jeun (22). Ceci, de même que le fait que le café accélère la digestion, explique l'emploi fréquent du café comme digestif. La diurèse que l'on constate après la consommation de café est souvent indiquée, cependant elle peut aussi entraîner incidemment une pulyurie. Dans ce cas, il est recommandé d'éviter l'absorption de boissons avec caféine. Les substances du café semblent avoir un effet sur la vésicule biliaire. En particulier, les sujets qui ont tendance à l'obésité se plaignent souvent après absorption de café de troubles biliaires. Par des examens radiologiques (23), on peut observer en effet après absorption de café avec caféine une contraction de la vésicule biliaire. Cette contraction de la vésicule biliaire apparaît seulement dans 50 % des cas après absorption d'un café avec caféine traité à la vapeur. Après absorption de café sans caféine, traité à la vapeur, on n'observe aucune contraction de la vésicule biliaire. Cet effet du café, observé au cours d'examens en série, devrait en effet entraîner, dans le cas de certaines prédispositions, le danger de coliques. Au cours d'examens sur des animaux, on a pu observer après absorption de café une augmentation de la production de bile par le foie. Cependant, le comportement de la vésicule biliaire, qui est décisif pour la santé, ne peut être contrôlé au moyen d'examens sur les animaux. La consommation du café est absolument contre-indiquée pour les hépatiques, pour lesquels il est nécessaire d'éviter par principe des produits torréfiés. Ainsi, à côté de la caféine, certains produits de torréfaction, parmi lesquels il faut compter quelques substances solubles d'éther éthylique, donc des corps gras du café torréfié, et certains composés volatils comme le mercaptan, sont la cause des troubles digestifs que l'on constate après absorption de café. Il faut ajouter dans ce contexte le fait bien connu que — quoique le café et le thé contiennent presque la même quantité de caféine — beaucoup de gens qui réagissent après l'absorption de petites quantités de café, peuvent supporter le thé à merveille. Des personnes qui peuvent boire deux ou trois tasses de thé sans aucune réaction se plaignent déjà après une tasse de café, de nausées, d'insomnie,

d'indisposition et d'excitation nerveuse. Ces réactions sont également citées assez souvent, spécialement dans le domaine pharmacologique, pour démontrer que cet effet du café n'est pas imputable à la caféine, mais à des substances secondaires. Une telle argumentation fait cependant omettre que dans les feuilles de thé on trouve, à côté de la caféine, des quantités considérables d'adénine et de tannin qui empêchent la résorption. Dans des recherches de l'Institut Pharmacologique de Baltimore (24), on a justement constaté que la caféine et l'adénine se neutralisaient. Il a été prouvé que l'adénine est capable d'annuler entièrement l'effet de la caféine. Un effet antagoniste envers les substances physiologiquement actives a également été attribué pendant longtemps au lait. Il est apparu que l'addition de lait au café avait un effet désintoxiquant. Des recherches physiologiques ont cependant prouvé dernièrement que cette thèse de la désintoxication de la caféine par du lait n'est pas réellement fondée (25, 26). On a constaté après absorption de café fort et de café avec addition de lait les mêmes effets sur la circulation périphérique. Par l'addition simultanée de lait et de sucre dans le café, la période de résorption devrait être retardée, et ainsi l'effet des substances du café devrait être ralenti comme dans le thé par le tannin.

Aussi la possibilité d'influencer qualitativement et quantitativement les substances du café par différentes sortes de préparation est très réduite.

Ainsi, à plusieurs reprises, la préparation de café à la turque est recommandée étant donné que la poudre de café, restant dans le café, exerce une action absorbante sur les substances. Dans un café préparé au moyen d'un filtre en papier, on trouve, à côté d'une réduction minime des corps gras de café torréfié, une teneur en caféine plus élevée qui est extraite de la poudre par l'addition réitérée d'eau bouillante (27). Selon les recherches cliniques, il faut donc s'attendre à trouver, dans le café filtré, un effet accru de la caféine.

CONCLUSION

L'aperçu de l'effet physiologique des substances du café montre dans ses conclusions multiples qu'une importance particulière doit être attachée à la consommation de café et de boisson avec caféine dans le cas de certaines formes de régime alimentaire. Dans un but thérapeutique, le café n'est utilisable que très rarement, à savoir là où un déplacement de réaction dans le sens de l'ergotropie est recherché, c'est-à-dire lorsqu'il s'agit d'abaisser le seuil d'excitabilité de l'organisme afin de rendre à nouveau les impulsions agissantes.

La consommation chronique de café peut avoir en cas de maladies, ou sur certaines constitutions, des conséquences nocives. Mais dans la mesure où le café est thérapeutiquement indiqué pour son effet psychique en raison de son goût, de son arôme et pour son effet euphorique, ces indications restent largement valables pour les malades soumis à un régime, si on les habitue à un café traité dont les substances physiologiquement nocives sont réduites.

Il y a trente ans, Max von PETTENKOFER résumait son opinion sur le café comme suit : « l'effet du café est comme une cravache qui fouaille le cheval aux plus grandes performances, mais qui ne peut pas remplacer l'avoine ». Aujourd'hui, il faut ajouter qu'il peut seulement — si les circonstances s'y prêtent — faire sortir les dernières réserves. L'impulsion, la joie, la réjouissance, ce que le café est capable d'offrir, a — pour modifier la phrase citée au début — de toute façon une limite supérieure. Elle se trouve là où normalement des incompatibilités apparaissent.

BIBLIOGRAPHIE

1. KAPP, H. — « Einfluss von Genussmitteln auf die Ernährungslage des Menschen ». *In* Ernährungsprobleme in der modernen Industriegesellschaft. Vortrag auf der Arbeitstagung der DGE in Wien am 22.9.1964.
2. Statistisches Jahrbuch für die Bundesrepublik Deutschland. Jahrgang 1964, Stuttgart-Mainz, 1964.
3. INSEE, Annuaire Statistique de la France.
4. D. R. P. 198279 (1905).
5. D. R. P. 576515 (1927).
6. D. B. P. 1011267 (1961).
7. D. B. P. 1009006 (1958).
8. ALBANESE, F. — « Zur Bestimmung der Bestandteile von Kaffeeinfusen aus behandeltem bzw. unbehandeltem Bohnenkaffee ». *Dt. Lebensm. Rundschau*, 60. Jahrg., 1964, Heft 2.
9. v. DOMARUS, A., HEUBNER, W., KRAUTWALD, A. — Arzneiverordnungen-Ratschläge für Studenten und Ärzte, Leipzig, 1946.
10. KÜHNE, P. — « Grundlagen der Gesamtwirkung des Kaffees ». *Med. u. Ern.*, 3. Jahrg., 1962, Heft 11.
11. MENDEN, E., MÜLLER, B., u. SCHIFFMANN, A. — « Über die Chlorogensäure und ihre physiologische Wirkung ». Hamburg, 1959.

12. KADEN, O. F. — « Über Rôst-Reizstoffe im Bohnenkaffee ». *Med. u. Ern.*, 3. Jahrg., 1962, Heft 4.
13. BÖMER, A., JUCKENACK, A., u. TILLMANS, J. — *In* « Handbuch der Lebensmittelchemie ». Bd. 6, Berlin, 1934, S. 21.
14. CZOK, G. — « Substanzen mit zentralerregender Wirkung im Bohnenkaffee ». *Med. u. Ern.*, 2. Jahrg., 1961, Heft 10.
15. LANDGREBE, B. — « Vergleichende Untersuchungen mit dem Flimmertest nach coffeinhaltigem und coffeinfreiem Kaffee ». *Med. Welt.* Jahrg. 1960, Heft 27/28.
16. LUFF, K., VOGLER, Th., u. BARDONG, H. — « Über den Einfluss des Coffeins auf das Leistungsverhalten am Kugeltestgerät ». *Zentralblatt f. Verkehrsmedizin*, 10. Jahrg., 1964, Heft 2.
17. GRAF, O. — « Genussmittel, Genussgifte und Leistungsfähigkeit ». *Sportmedizin*, 8. Jahrg., 1957, Heft 1.
18. JOACHIMOGLU, G. und KLISSINIUS, H. — « Experimentelle Beiträge zur Frage der erregenden Wirkung von Kaffee und seiner Inhaltsstoffe auf das Nervensystem ». *Archiv f. Hygiene u. Bakteriologie*, Bd. 10, 1932, Heft 3/4.
19. KLIGGE, H. — « Die vegetative Dystonie, die Hypotonie und der Bohnenkaffee ». *Med. Klinik*, 57. Jahrg., 1962, Heft 25.
20. VÖLKER, R. — « Experimentelle Studien zur Frage des Verhaltens sensorischer und vasokonstriktorischer Reizschwellen ». *Ärztl. Forschung*, 18. Jahrg., 1964, Heft 11.
21. BUHR, G. — « Neue Erkenntnisse über die Wirkung von Coffein und Kaffee auf die Herz- und Kreislaufdynamik des Menschen ». *Ärztl. Forschung*, 12. Jahrg., 1958, Heft 12.
22. STEFFEN, H. — « Über die Einwirkung von Bohnenkaffee auf die Proteolyse im Magen gesunder Versuchspersonen », *Med. Welt.* Jahrg. 1962, Heft 14.
23. APEL, G., u. SCHENCK, V. — « Vergleichende klinische Untersuchungen über die Reaktion von Magen, Leber und Gallenblase auf Bohnenkaffee ». *Ärztl. Forschung*, 15. Jahrg., 1961, Heft 1.
24. MACHT, D., u. SCHROEDER, H. — « Pharmakologische Studien über die Wirkung von Coffein-Adenin-Mischungen ». *Klin. Wschr.*, 9. Jahrg., 1930, Nr. 52.
25. NEUMANN, K. — « Einfluss von Milch auf Toxizität und diuretische Wirkung von Coffein ». *Med. u. Ern.*, 3. Jahrg., 1962, Heft 9.
26. BUHR, G. — « Zur Frage des Einflusses von Kondensmilch und einer Protein-Valeriana-Polyphosphat-Komplexverbindung auf die Kreislaufwirkung des Kaffees beim Menschen ». *Med. u. Ern.*, 4. Jahrg., 1963, Heft 5.
27. BUHR, G., u. LANDGREBE, B. — « Uber die Wirkung von gefiltertem und ungefiltertem Kaffee auf die nervöse Erregbarkeit und die Kreislaufdynamik des Menschen ». *Med. Klinik*, 58. Jahrg., 1963, Heft 36.

DISCUSSION

M. LEVENSON : Are the amounts of niacin and potassium in coffee beverage physiologically significant and might they be considered desirable qualities of coffee ?

— M. NEDDE : I am sure that these additives are good for some forms of diets.

M. CZOK : Mr NEDDE stated in his communication that the daily intake of potassium amounts to 700 mg if 40 g of coffee are consumed per day. But according to analyses, recently published by SOUCI, these values seem to be too high, the correct figure seems to be close 500 mg.

Furthermore, effect of potassium on the function of heart and kidneys may be observed only if the potassium level in serum is raised above normal. This would require a quantity of about 0.5 mval potassium/kg body wt. or 1.2-1.5 g per person. Obviously, the daily intake of potassium with coffee is much too small to allow any effect on heart or kidneys. One cup of coffee provides about 1/10 of the amount of potassium which is necessary to alter these functions.

Moreover one cup of coffee contains about 1-2 mg of nicotinic acid. A circulatory effect of nicotinic acid on the other hand may be expected with doses of 150-300 mg. Therefore it is very improbable that normal consumption of coffee produces vasodilatation.

— M. NEDDE : I am rather interested in those figures you have just given and I would like to get the reference of the publication where SOUCI stated this potassium content in coffee.

NEDDE (D.). — **Le café dans la diététique.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 223-232, réf.

L'étude de l'effet physiologique des substances du café montre dans ses conclusions multiples qu'une importance particulière doit être attachée à la consommation du café et de boissons contenant de la caféine dans le cas de certaines formes de régime alimentaire.

Le café n'est que très rarement utilisable dans un but thérapeutique, à savoir là où un déplacement de réaction dans le sens de l'ergotropie est recherché, c'est-à-dire lorsqu'il s'agit d'abaisser le seuil d'excitabilité de l'organisme afin de rendre aux impulsions la possibilité d'être agissantes. Cette indication concerne les cas de pré-collapsus ainsi que de collapsus, mais également les cas où une hypertonie brève et rapide est nécessaire et peut être favorablement influencée par le café.

A côté de ces cas relativement limités où le café est préconisé, se présente un groupe important de contre-indications. La consommation de café doit être évitée dans les cas de troubles du système végétatif ou lorsque ces derniers apparaissent après la consommation de stimulants. En particulier la consommation de café non décaféiné doit être interdite chaque fois que l'on recherche une thérapeutique sédative, comme dans les nombreux cas de dystonie végétative, ainsi que dans les cas de métabolisme de base élevé, comme on en rencontre dans l'hyperthyréose. Là, où un ménagement des fonctions de la circulation est recherché, l'effet stimulant du café est à éviter. C'est le cas de l'hypertonie et de l'artériosclérose où l'augmentation de l'activité cardiaque est nocive.

Les troubles du tube digestif dus au café sont imputables, en dehors de la caféine, à certains produits de torréfaction qui sont mal supportés par les gens sensibles de l'estomac, du foie et de la vésicule biliaire. Les produits de torréfaction, qui peuvent être réduits par le traitement du café vert à la vapeur, semblent être surtout nocifs dans les cas de maladies du foie et du pancréas. Dans les cas de gastrites et d'*ulcus ventriculi* ou d'*ulcus duodeni*, la caféine, outre les produits de torréfaction, pourrait avoir, elle aussi, un effet nocif. Du point de vue ophtalmologique, il faut ajouter que les malades atteints de glaucome doivent s'abstenir de la consommation de café avec caféine, étant donné que la caféine augmente la pression interne oculaire. Il est en outre à noter que le café est aussi contre-indiqué dans les cas d'hypersensibilité douloureuse. C'est pourquoi il faut mettre en garde contre le café lors de syndromes des racines nerveuses, de syndrome cervical et de syndrome lombaire, étant donné qu'il peut abaisser le seuil d'excitabilité et augmenter ainsi les symptômes de ces maladies.

Donc, même si par comparaison avec l'alcool et la nicotine, le café peut être considéré comme le plus inoffensif des stimulants, il faut toutefois attacher une certaine importance au café dans différents cas de régimes à cause de son effet variable sur l'organisme humain. La consommation régulière de café peut cependant avoir, en cas de maladies, ou sur certaines constitutions, des conséquences nocives. Mais dans la mesure où le café est thérapeutiquement indiqué pour son effet psychique, en raison de son goût, de son arôme, et pour son effet euphorique, ces indications restent largement valables pour les malades soumis à un régime, si on les habitue à un café traité dont les substances physiologiquement nocives sont réduites.

NEDDE (D.). — **Coffee in dietetics.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 223-232, réf.

The study of the physiological effect of coffee constituents shows in its numerous conclusions that a special attention has to be paid to the consumption of coffee and beverages containing caffeine in the case of some diets.

Coffee is only very seldom used in therapeutics, that is to say only when one wants to shift reactions towards ergotropy, in other words when the threshold of the excitability of the system has to be lowered so that impulses may again become active. This concerns precollapsus and collapsus cases but also cases where a short and quick hypertonia is necessary and may be favourably influenced by coffee.

These few cases where coffee is recommended are more than counterbalanced by numerous contra-indications. Coffee drinking must be avoided by sufferers of vegetative nervous system disorders or when the latter appear after the ingestion of stimulants. Consumption of coffee containing caffeine is especially prohibited when a sedative therapy is wanted as well as in the numerous cases of vegetative dystonia and in the case of high basic metabolism as is met with in hyperthyreosis. When circulatory trouble is being treated the stimulating action of coffee has to be avoided. Such is the case of hypertonia and of arteriosclerosis in which an increase of the heart action is harmful. Disorders in the alimentary tract due to coffee are imputable besides caffeine, to some of the substances formed in roasting, which are badly tolerated by the people susceptible to stomach and liver disorders and gall-bladder complaints. The products of roasting which may be reduced by the steam processing of raw coffee, seem to be chiefly harmful in cases of liver and pancreas diseases. In cases of gastritis and duodenal and ventricular ulcers, caffeine, besides the roasting products, might also have an harmful effect. From an ophthalmological point of view, it is to be added that patients having glaucoma must refrain from drinking coffee containing caffeine, owing to the fact that caffeine increases the internal ocular pressure. Moreover it is to be noted that coffee is also contra-indicated in cases of painful over-sensitiveness. Therefore patients must be put on guard

against coffee in case of syndromes of the nerve ends and of cervical and lumbar syndromes, for it may lower the threshold of excitability and in this way increase the symptoms of these diseases.

Consequently, even if compared with alcohol and nicotine coffee may be considered as the most harmless stimulant, some importance must be attached to coffee in different cases of diets on account of its variable effect on the human system. The regular consumption of coffee may however have harmful effects in case of diseases or on some constitutions. But in so far as coffee may be therapeutically indicated for its psychical effect on account of its taste and aroma and for its effect of well-being, the above indications remain mainly true with regard to patients being on a diet, if one accustoms them to a processed coffee, the physiologically harmful components of which are reduced.

NEDDE (D.). — **Der Kaffee in der Diätetik.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 223-232, réf.

Aus den zahlreichen Schlussfolgerungen der Prüfung der physiologischen Wirkung der Kaffeegrundstoffe geht hervor, dass dem Verbrauch von Kaffee und coffeinhaltigen Getränken bei gewissen Formen von Diät eine besondere Beachtung geschenkt werden muss.

Der Kaffee kann nur selten in der Therapeutik verwendet werden, nur da wo nach einer Reaktionsverschiebung im Sinne der Ergotropie gestrebt wird, d. h. wenn es sich darum handelt, die Erregbarkeitsschwelle des Organismus zu erniedrigen, um den Impulsen die Möglichkeit wirksam zu sein wieder zu geben. Dies betrifft die Fälle von Vorkollaps und Kollaps jedoch auch die Fälle in denen eine kurze und rasche Hypertonie nötig ist und günstig durch den Kaffee beeinflusst werden kann.

Neben diesen verhältnismässig begrenzten Fällen in denen der Kaffee empfohlen wird, gibt es eine wichtige Gruppe von Gegenanzeigen. Der Genuss von Kaffee muss vermieden werden in allen Fällen von Vegetationsstörungen oder wenn diese nach der Einnahme von stimulierenden Mitteln eintreten. Der Genuss von nicht coffeinfreiem Kaffee muss insbesondere jedesmal untersagt werden, wenn nach einer lindernden Therapeutik gestrebt wird, wie z. B. in zahlreichen Fällen von vegetativer Dystonie sowie in den Fällen von hohem Grundmetabolismus wie er bei Hyperthyreose vorkommt. Da wo eine Schonung der Kreislauffunktionen angestrebt wird, muss die stimulierende Wirkung des Kaffees verhütet werden. Es ist dies der Fall bei Hypertonie und Arterienverkalkung, wo die Erhöhung der Herztätigkeit schädlich ist.

Die durch den Kaffee verschuldeten Verdauungsstörungen sind ausser dem Coffein gewissen Röstprodukten zuzuschreiben, die für einen empfindlichen Magen, eine delikate Leber oder Gallenblase schwer verträglich sind. Die Röstprodukte, die durch eine Dampfbehandlung des Rohkaffees reduziert werden können, scheinen besonders bei Leber- und Bauchspeicheldrüsenkrankheit schädlich. Auch bei Magenschleimhautentzündung und Magengeschwür oder bei Zwölffingerdarmgeschwür könnte Coffein neben den Röstprodukten ebenfalls eine schädliche Wirkung haben. In ophtalmologischer Hinsicht ist zu erwähnen, dass Glaukomkranke sich jeden Genusses von coffeinhaltigem Kaffee enthalten müssen, da das Coffein den inneren Druck im Auge erhöht. Schliesslich sei noch bemerkt, dass Kaffee im Falle von schmerzhafter Überempfindlichkeit nicht angezeigt ist. Daher muss vor Genuss von Kaffee bei Syndromen der Nervenwurzeln, bei Genick- oder Kreuzsyndromen gewarnt werden, da der Kaffee die Erregbarkeitsschwelle erniedrigen und so die Symptome dieser Krankheiten erhöhen kann.

Wenn auch der Kaffee im Vergleich zum Alkohol und zum Nikotin als das am wenigsten schädliche Stimulierungsmittel betrachtet werden kann, so muss ihm dennoch eine gewisse Beachtung in der Diätetik geschenkt werden angesichts seiner verschiedenartigen Wirkung auf den menschlichen Organismus. Der regelmässige Verbrauch von Kaffee kann bei Krankheiten oder auf gewisse Beschaffenheit schädliche Nachfolgen haben. In dem Masse aber in dem der Kaffee in therapeutischer Hinsicht für seine psychische Wirkung wegen seines Geschmacks, seines Aromas und seiner euphorischen Wirkung angezeigt ist, behalten diese Angaben weitgehend ihre Geltung für Diät haltende Kranke soweit sie an einen behandelten Kaffee gewöhnt werden, dessen physiologisch schädliche Grundstoffe verringert wurden.

NEDDE (D.). — **El café en la dietética.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 223-232, réf.

El estudio del efecto fisiológico de las substancias del café muestra,en sus multiples conclusiones,que una importancia especial debe atribuirse al consumo del café y bebidas que contienen cafeina, en el caso de formas determinadas de régimen de alimentación.

El café se utiliza muy raramente en el tratamiento de las enfermedades y sólo cuando se trata de bajar el punto de excitabilidad del organismo para restituir a los impulsos la posibilidad de producir efecto. Se prescribe en los casos de precolapso así como de colapso, y también cuando sea necesaria una hipertonia breve y rápida sobre la cual puede influir favorablemente el café.

Frente a un número de casos relativamente limitado en los cuales se preconiza el café, se halla un grupo importante de contraindicaciones. Debe evitarse el uso del café en presencia de alteraciones del sistema vegetativo o cuando el consumo de estimu-

lantes provoca la aparición de dichas alteraciones. Debe prohibirse especialmente el uso del café no decafeinado cuando se busca una terapéutica sedativa, como en los numerosos casos de distonia vegetativa, así como en los casos de metabolismo elevado (por ejemplo el que se halla asociado a la hipertireosis). Debe evitarse el efecto estimulante del café en los casos en que se debe cuidar de las funciones de la circulación, por ejemplo en los casos de hipertonia y de arteriosclerosis en los cuales es nocivo el aumento de la actividad cardiaca.

Las alteraciones del tubo digestivo debidas al café se atribuyen, además de la cafeina, a varios productos de la tostadura poco tolerados por un estómago, un hígado o una vesícula biliar delicados. Dichos productos, que pueden reducirse con tratamiento de vapor del café verde, parecen nocivos sobre todo en los casos de enfermedades del hígado y del páncreas. La cafeina, además de los productos de la tostadura, podría también ser nociva en los casos de gastritis y *ulcus ventriculi* o *ulcus duodeni*. Desde el punto de vista oftalmológico cabe también señalar que la gente atacada de gláucoma debería abstenerse de café con cafeina, dado que la cafeina aumenta la presión ocular interna. Debe notarse además que se contraindica el café en los casos de hipersensibilidad dolorosa. Por eso es preciso evitar el café en el caso de síndroma de las raíces nerviosas, síndroma cervical y síndroma lombario, dado que puede bajar el punto de excitabilidad y así aumentar los síntomas de dichas enfermedades.

Pues, si aun comparándolo con el alcohol y la nicotina puede considerarse el café como el estimulante menos nocivo, debe atribuírsele una cierta importancia en algunos casos de regímenes dado su efecto variable sobre el organismo humano. Sin embargo el consumo regular de café puede, en el caso de enfermedades o constituciones determinadas, presentar consecuencias nocivas. Pero, siendo el café terapéuticamente indicado, dentro de ciertos límites, dado su efecto psíquico, debido a su gusto y aroma, y dado su efecto eufórico, sus indicaciones se aplican también a los enfermos que observan un régimen una vez que se hallen acostumbrados a un café tratado cuyas substancias fisiológicamente nocivas se redujeron.

NEDDE (D.). — **O café na dietética.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 223-232, réf.

O estudo do efeito fisiológico das substâncias do café mostra, nas suas múltiplas conclusões, que deve dar-se particular importância ao consumo de café e de bebidas contendo cafeína, no caso de certas formas de regime alimentar.

O café é utilizado muito raras vezes com fins terapêuticos. Por exemplo, quando se procura deslocar a reacção no sentido da ergotropia, isto é, quando se trata de baixar a taxa de excitabilidade do organismo, para permitir que os impulsos possam agir. Esta indicação diz respeito aos casos de précolapso, como aos de colapso e igualmente aos casos em que é necessária uma hipertonia, breve e rápida, que pode ser favoràvelmente influenciada pelo café.

A par destes casos, relativamente limitados, em que se preconiza o café, apresenta-se um grupo importante de contra-indicações. O consumo de café deve ser evitado nos casos de perturbação do sistema vegetativo ou quando elas apareçam após o consumo de estimulantes. Deve interditar-se, particularmente, o consumo de café não descafeínado cada vez que se prossegue uma terapêutica sedativa, como em numerosos casos de distonia vegetativa, ou em casos de metabolismo basal elevado, ou ainda como no caso da hipertireose. No caso de se procurar normalizar as funções da circulação, deve evitar-se o efeito estimulante do café, como por exemplo, na hipertonia e na arterioesclorose onde é nocivo o aumento da actividade cardíaca.

As perturbações do tubo digestivo, devidas ao café, são atribuídas, além da cafeína, a certos produtos da torra que são mal suportados pelas pessoas de estômago, fígado e vesícula biliar sensíveis. Os produtos da torra, que podem ser reduzidos se o café cru for tratado pelo vapor, parecem ser sobretudo nocivos nos casos de doenças de fígado e do pâncreas.

Nos casos de gastrites e de *ulcus ventriculi* ou de *ulcus duodeni*, a cafeína — além dos produtos da torra — poderia ter por si só um efeito nocivo. Do ponto de vista oftalmológico, é necessário advertir que os doentes com glucoma devem abster-se de consumir café com cafeína, dado que a cafeína aumenta a pressão ocular interna. Por outro lado, deve notar-se que o café é também contraindicado nos casos de hipersensibilidade dolorosa. Esta é a razão porque se deve ser cauteloso com o café nos casos de sindromas das raízes dos nervos, de sindroma cervical e de sindroma lombar, dado que ele pode baixar a taxa de excitabilidade e aumentar assim os sintomas destas doenças.

Logo, se mesmo por comparação com o álcool e a nicotina, o café pode ser considerado como o mais inofensivo dos estimulantes, é necessário todavia dar-lhe uma certa importância nos diferentes casos de regime, atendendo ao seu variável efeito sobre o organismo humano. O consumo regular de café pode, em certas doenças ou sobre certas constituições, ter consequências nocivas. Mas, na medida em que o café é terapêuticamente indicado pelo seu efeito psíquico, devido ao seu gosto, ao seu aroma, e pelo seu efeito eufórico, pode-se usar para os doentes submetidos a uma dieta, se forem habituados a um café tratado em que as substâncias fisiològicamente nocivas tenham sido reduzidas.

MEDICAL ASPECTS OF COFFEE-DRINKING

R. ULRICH
Bremen

A merchant in chemicals drove home after a busy day's work — that is, he wanted to drive home, but suddenly swerved to the left for no apparent reason and crashed into the radiator of an oncoming car. No clinical cause of this lapse could be found : he was definitely not under the influence of alcohol, findings in regard to circulatory functions, the EEG and sugar tolerance were negative, and it was only the anamnesis which provided a clue to this functional breakdown, which had, according to the driver's own words, suddenly befallen him. The patient mentioned insufficient night rest due to frequent difficulty in going to sleep, particularly strenuous work on the day in question, and rapid consumption of a heavy meal. He had tried to overcome the fatigue experienced in the morning due to the lack of sleep, and the fatigue experienced in the afternoon due to an overworked digestion, by drinking very large quantities of coffee.

This case, which was recently reported by GRÜNER (1), well exemplifies the strain imposed by work in general, and by behaviour on the roads in particular, as an expression of our compressed, technical way of living. The constant demands made on man in the way of attention and concentration nowadays require an intensively ergotropic vegetative system. A general practitioner constantly hears remarks such as : « I get tired too soon. », « I can't concentrate anymore. », « My thoughts begin to wander. », « I forget so many things. », « I really despair of myself. », etc.

Questions regarding living habits usually reveal that trophotropic-vagotonic counter-regulation, which permits natural replenishing of physical reserves, is prevented by insomnia on the one hand and by the use of centrally stimulating agents on the other, whereby the natural biological rythm is upset. The vegetative system often attains a state of crisis-like instability due to artificial prolongation of the sympathetic tone, and this can literally produce a vegetative « flip-flop » resulting in collapse and unconsciousness, as in the case described above.



Although the connection between functional failure and living habits is by no means always so dramatic in nature, the mode of action recorded here can be objectified on the basis of the available results of research. « Fatigue », which is the cause of functional failure, is primarily a cerebral phenomenon. The process which produces fatigue is based on changes in the central and peripheral regulatory processes, which are subject to neural or humoral control. Fatigue is thus a physiological transition-state which sets in periodically during the change-over from activity to resting, and waking to sleeping. It is a state of diminished efficiency which is usually accompanied by a feeling of weariness. This feeling of weariness need not be related in any qualitatively determinable proportion to fatigue itself, but is dependent on individual reactivity, which is subject to physiological and psychological conditions (2).

Man quite naturally wishes to preserve his physical efficiency — depending on daily dispositions and those of life — as long as possible. This is illustrated particularly clearly by the ingestion of centrally-stimulating medicaments and beverages, which are intended primarily to combat fatigue, to exploit the rousing effect of such substances, and to induce an improvement in his performance.

According to a representative survey, 24 % of a cross-section of an adult population (3) stated that they did not feel fully efficient because they did not get enough sleep. « Over-work », « amusement » and « health reasons » were listed in this order as the causes of insufficient sleep. The biological rhythm of increased physical efficiency in the morning, a sagging in disposition around lunch-time and a revival in the afternoon — this alternation between ergotropy as the development and release of physical efficiency and histotropy as the restorer of its foundation — is disturbed here right from the start, and is deliberately influenced preferably with stimulating substances (which allegedly enhance performance), such as pure coffee in particular, and other substances.

The effect of caffeine is based essentially on control of circulatory processes on the lines of the above-mentioned ergotropy, and it can influence most of the organs affected by the fatigue process in the opposing sense. Being a central stimulant, even doses of 50-100 mg — the caffeine content of about one cup of coffee — will act on the sensory regions of the cerebral cortex and thus permit an effect on the vasomotor and respiratory centres, which influence the circulation and respiration. Larger doses may cause unpleasant sensations such as restlessness, palpitation, headache and confusion, as is illustrated by the case of a driver who had drunk eight bottles of a lemonade containing colanut extract (total content of about 240 mg caffeine) and was found in a state of intoxication (4) after a traffic accident he had caused. Even minor interferences imposed artificially on the autonomic nervous system will, as a rule, detrimentally affect functional efficiency, since the idea behind a switch-over to histotropy is the restoration of essential foundations of performance (5).

An increase in motor restlessness after taking coffee containing caffeine has repeatedly been established in animal experiments. A switch-over from the polyphasic rhythm to the monophasic rhythm took place in the animals, because the effect of caffeine as a central stimulant prevented the natural state of rest (6).

Recent studies have likewise shown that physical efficiency is also reduced to a significant degree by the chronic consumption of caffeine (7). In the course of these experiments, which lasted for several months, rats and mice were given coffee infusion *ad libitum* to drink instead of water. This infusion contained 0.65 mg of caffeine per ml, and the animals drank 28 ml per day on the average. Tests of physical efficiency were made after three and six months' administration of the coffee-drink, the result being that these animals were able in swimming experiments to keep above water treated with a wetting agent for only three-quarters, and half as long respectively as the animals of a control group which had not been given coffee-infusion. Control experiments with 175 mice showed clearly that there was a relationship between the amount of caffeine ingested and the decrease in swimming-time. Despite the very high dosage of coffee, these animal experiments can be related to human conditions if we take as point of departure the fact that rats, and probably mice as well, react about ten times less sensitively to drugs — as related to kg/body-weight — than human beings do. According to this a dose of 2 g of the dry substance per kg of a rat corresponds to 0.48 g of caffeine in a man of 60 kg body-weight, i.e. the caffeine content of 2-2 1/2 cups of strong coffee.

Conditional reflex behaviour under the influence of caffeine was also the subject of a recent extensive study which will probably assume special significance from the standpoint of traffic medicine. It was found that this very reflex behaviour deteriorated substantially when alcohol and caffeine were administered at the same time. A cage divided into three sections, in which the rats moved on lattice bars, was used for this experiment. Two smaller containers adjoined the actual feeding cage, one of which was kept dark, and the other brightly lit. At regular intervals, the rat in the feeding cage received a square-topped pulse via the lattice, which produced a flight effect. Since the fleeing rat always turns to the dark cage, application of the current pulse was also maintained in this cage, but not in the brightly-lit adjoining cage. The rats very soon learned in blank tests that they must overcome their natural instinct to escape into the dark space, and must seek the lighted space protected against current pulses.

This conditional reflex behaviour deteriorated very substantially in proportion to the alcohol content of the blood ; when caffeine was administered at the same time, the result was absolutely wrong behaviour in the rat ; the dark cage was then sought out every time.

The question as to whether physical or mental efficiency can be augmented by the administration of central stimulants, in particular by pure coffee, crops up not only in animal experiments but also in the clinical field. The main question here is that of vegetative economy, as the expression of a general attempt to rationalize all activities and functions. The Physiological Section of the Institute for Physical Training at Vienna University (6) conducted tests to this end on the basis of the influence exerted on physical performance by beverages containing caffeine as compared with a placebo (decaffeinated coffee). An increase in sympathetic tone developed as a result of changes in various circulatory quantities which reduced not only the economy of the metabolism but also vegetative adaptability. Since effective performance does not result, in the last analysis, from the absolute level attained by the sympathetic tone, but from the power of the ergotropic system to raise the tone, objections were raised from this side against the ingestion of pure coffee prior to prolonged effort imposing a strain on the circulation.

The problem of road-safety induced the Institute of Forensic and Social Medicine of Frankfurt University (9) to test the efficacy of beverages containing caffeine in tired states. The test device used was the ball test appliance devised for the purpose of aviation medicine, which has proved most satisfactory for determination of very slight fluctuations in physical disposition. The optimal performance — after which no further improvement was to be anticipated — was achieved after training in the case of 20 test subjects, half of whom were accustomed to caffeine and the other half not. These test subjects were wearied by one hour's exercise with the test appliance, and the psychomotor functional index was then determined after a short pause. Functional behaviour under equal conditions — after the test subjects had consumed a coffee-drink during the rest interval — was thus tested in four comparative studies. These drinks consisted of (a) an untreated ordinary coffee containing caffeine, (b) pre-treated and steam-treated pure coffee, (c) steam-treated, decaffeinated coffee, and (d) a placebo, for which malt-coffee with caffeine was used. Each of the caffeinous beverages administered contained 200 mg of caffeine. A similar trend in the pattern of functional behaviour was seen with all the caffeinous beverages. The psychomotor functional capacity initially rose to values about 13 to 15 % above the psychomotor functional index of the blank test, but a rapid decline, almost to the initial level, took place after the first quarter of an hour. The experiment with the decaffeinated coffee, on the other hand, showed an initial peak with approximately 10 % functional improvement, which remained almost consistent up to the end of the three-hour experiment. The brief improvement in performance which was observed after caffeinous beverages, and which gave way to an even greater exhaustion, is most certainly due to tapping of functional reserves not accessible to the autonomic nervous system, as evidenced by the significant drop in heightened performance in all three caffeine experiments. This pharmacodynamic effect of caffeine can be illustrated clearly if the effect of decaffeinated pure coffee is used for comparison purposes : the functional improvement was not quite as great, but persisted at about the same level for over three hours. From the medical aspect we can conclude from these experiments that the use of caffeine cannot contribute to enhancement of the psychomotor functional capacity, because the transient invigorating action is effected at the expense of emergency reserves, and the functional range — which is already slight after fatigue — is thus reduced still further.

The question of the rousing effect of caffeinous beverages, or that of increased performance due to the central stimulant caffeine, is also closely connected with the question of the influence exerted on depth and duration of sleep, which is linked directly with dispositional physical efficiency. It was already established in animal experiments by means of the irritant hair method that duration and depth of sleep were reduced by the administration of caffeine. While a typical sleep-curve reaches its lowest point soon after going to sleep, and then becomes shallower undulantly towards morning, falling to sleep is often delayed by ingestion of caffeine, sleep is disturbed throughout the night, and the sleep-curve approaches its lowest point by irregular movements only towards morning. The surface integrals of such sleep-curves showed that the « amount of sleep » enjoyed after drinking pure caffeinous coffee is considerably less than after drinking a placebo (11).

The results of these animal experiments were recently confirmed at Stanford University (12) in experiments on 300 students who were each given a dose of 150 mg caffeine one hour before going to sleep. It was found upon consideration of the whole group that this dose of caffeine, given under such conditions, would delay the onset of sleep and also obviously reduce the depth of sleep. The effect did not manifest itself when a placebo — that is, caffeine-free coffee which tastes the same, was given to the test subjects. More than 20 % of all the test subjects stated consistently that they were kept awake by caffeinous coffee, but never by the placebo. Another 20 % found their sleep disturbed but slightly or not at all while a larger group of more than 50 % reacted variously depending on the type of day they had spent.

The desire to increase the subjective feeling of enhanced functional efficiency by drinking stimulating beverages thus leads to a vicious circle, which can be broken only if the biological rhythm is restored through an autonomic change-over from sympathicotonia to vagotonia by the elimination of stimulants from the daily food.

Elimination of such stimulants is all the more advisable, because about 60 % of all patients seen in medical practice suffer from so-called functional disorders,

which may affect almost every organic system of the body as well as the central nervous system or the peripheral circulation. The main feature of this syndrome of so-called « vegetative dystonia » are these very fluctuations in functional efficiency or their rapid decline. Inasmuch as functional disorders and emotional factors influence each other negatively here, it is inadvisable to eliminate the causes of this phenomenon by stimulants.

The influence of central stimulants serves only to augment the exciting afferent impulses, and to facilitate the opening up of neural paths. Recent studies (12) have shown that the threshold of excitability is reduced to the point where lesser afferent impulses or minor pharmacodynamic effects once again reach the central receptor regions. If coffee is drunk to improve the subjective feeling of efficiency, it may, of course, happen that the alarm signals of fatigue are ignored, because the inhibitions set up by the organism to protect its functional reserves have been removed. A situation endangering the entire organism may thus develop, as was illustrated by our earlier example of the driver, in whom over-strain together with the ingestion of central stimulants led to a vegetative « flip-flop » and thus to actual collapse.

LITERATURE

1. GRÜNER, O. — « Über die verkehrsmedizinische Bedeutung vegetativer Krisenschaltung, deren Aussage und Folgen ». *Med. Welt*, nº 20, p. 1121, 1962.
2. STENDERNOFF, F. — « Ermüdung und Erholung » in « Ermüdung, ihre Erscheinungsform und Verhütung » by E. Bornemann. Supplement to Zentralblatt für Arbeits-Wissenschaft, Lüneburg, 1952.
3. Survey by the Emnid-Institute nº 37/1961 in the Federal Republic of Germany.
4. Judgment by Regional Court in Munich dated 20. 5. 1960.
5. GRAF, O. — « Genußmittel, Genußgifte und Leistungsfähigkeit ». *Sportmedizin*, Vol. VIII, nº 1, 1957.
6. STIEVE, H. — « Versuche über die Gewöhnung an Coffein » *Zeitschrift f. d. gesamte experimentelle Medizin*, Vol. 96, nº 5, 1935.
7. NEUMANN, K. — « Tierversuche über die Veränderung des körperlichen Leistungsvermögens durch Coffein ».
8. PROKOP, L. — « Die Beeinflussung der Adrenalinwirkung durch Koffein », *Med. Klinik*, Vol. 59, nº 51, 18. Dec. 1964, p. 2016-2020.
9. LUFF, K. — « Über den Einfluß des Coffeins auf das Leistungsverhalten am Kugeltestgerät ». *Zentralbl. f. Verkehrsmedizin — Verkehrs-Psychologie — Luft-und Raumfahrt-Medizin*, Vol. 10, nº 2, May 1964.
10. LUFF, K. — « Die Kaffeewirkung auf das zentrale Nervensystem ». *Ärztl. Praxis*, Vol. XVII, nº 1, p. 4-6, 2. Jan. 1965.
11. JOACHIMOGLU. — « Schlafkurve ». *Archiv f. Hygiene und Bakteriologie*, nº 3/4, 1932.
12. EICHLER, K., MULCH-VÖLKER, S., VÖLKER R. — « Experimentelle Studien zur Frage des Verhaltens sensorischer und vasokonstriktorischer Reizschwellen ». *Ärztliche Forschung*, Volume XVIII, nº 11, 10 Nov. 1964, p. 598-603.

DISCUSSION

M. CZOK : The investigations of Pr LUFF mentioned by Mr ULRICH have to be discussed on the two following points :

1) The results found by Pr LUFF with the ball-test apparatus after administration of caffeine and coffee don't allow any conclusion in respect to the physical and psychical performance of motorists as it is done.

2) The quantities of caffeine given in these tests (200 mg) are much higher than those which are taken with the usual coffee drink (60-120 mg).

M. REYMOND : Is there any evidence of the metabolism of caffeine in men ?

— M. ULRICH : Metabolism of caffeine is known, yes.

M. LEVENSON : Should we differentiate between the normal and « sick » individual in assessing the significance of the physiological effects of coffee ?

— M. ULRICH : I know what you are thinking about at the moment. You are thinking about these five year observations in a big American electrical firm, the results of which have been published in all European medical magazins. This

experiment came to a conclusion which is completely wrong. This conclusion was that a man who drinks a lot of coffee has a greater chance of getting coronary trombosis than the one who drinks only tea. This result has no value, because the way of life of the people has not been taken into consideration ; the one who drinks much coffee may smoke quite a lot...

It would need one hour to answer your question, Dr LEVENSON. What I can say is that if a man is quite healthy, he should drink coffee. If not, for instance if he has stomach troubles, his doctor may not allow him to drink coffee because of all the roasted substances, besides caffeine. It must be underlined that this question is very difficult. In some heart diseases, people are allowed to drink coffee...

ULRICH (R.). — **Aspects médicaux de la consommation du café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 233-238, réf.

Ces cinq dernières années, la consommation de café torréfié a augmenté considérablement. Ce n'est pas une question de prospérité, mais le café est devenu la boisson typique d'une population principalement industrielle qui croit subjectivement que le café est l'antidote de la phase de dépression et ce, aussi bien chez les travailleurs manuels que chez les intellectuels. Très souvent, on observe une diminution de la capacité fonctionnelle au moment du petit déjeuner, avant le déjeuner et tard dans l'après-midi, c'est-à-dire lorsque la teneur en sucre du sang est faible. Cette diminution de la capacité fonctionnelle semble heureusement compensée par l'absorption de café.

Par conséquent on devrait étudier si le café constitue bien un stimulant de l'activité physique et intellectuelle. L'étude de ce problème est rendue difficile par le fait que le café exerce ses effets surtout sur le système neurovégétatif de l'homme et agit dans le domaine psychosomatique, c'est-à-dire sur les fonctions psychiques et organiques. L'équilibre de la fonction du système nerveux autonome est cependant très menacé dans la population industrielle. Dans tous les Etats civilisés, comme par exemple les Etats-Unis, 60 % des malades souffrent de dystonie végétative, c'est-à-dire de dérèglements nerveux de toutes sortes. Cette dystonie végétative est très fréquente et se traduit par des troubles importants de la capacité fonctionnelle.

Ce problème est discuté dans le cadre des dernières découvertes de la recherche et des résultats selon lesquels les malades dont le système neurovégétatif est troublé n'augmenteraient généralement pas leur activité par absorption de boissons contenant de la caféine. Cependant les personnes en bonne santé doivent être averties du danger de l'utilisation inconditionnée de stimulants du système nerveux central en vue d'accroître leur activité.

ULRICH (R.). — **Medical aspects of coffee-drinking.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 233-238, réf.

Consumption of roasted coffee has increased considerably during the past 5 years. This is not because of prosperity but because coffee has come to be the typical beverage for a population of mainly industrial workers who believe that coffee is the antidote in moments of depression. And this is the case for manual as well as for brain workers. Frequently, a decrease of functional capacity is observed at breakfast time, before lunch, and in the late afternoon, i. e. when the sugar content in the blood is low. This decrease of functional capacity seems to be successfully counter-balanced with coffee.

In consequence, an investigation should be made as to whether coffee represents a stimulant for both physical and intellectual activity. The investigation of this problem is made difficult due to the fact that coffee affects principally the vegetative nervous system of man acting in the psychosomatic field, i. e. on the psychical and organic functions. The balance of the autonomous nervous system function however, is greatly endangered among the industrial population. In all civilized countries, as for example the USA, 60 % of the patients of practising doctors are suffering from vegetative dystonia, i. e. from nervous disorders of every kind. This vegetative dystonia is very common and manifests itself by serious disorders of the functional powers.

This problem is discussed in the light of the latest findings by research with the result that patients whose neuro-vegetative systems are deranged would not increase their mental activity by taking beverages containing caffeine. However persons in good health should be warned against the indiscriminate use of stimulants of the central nervous system with the view to increase their activity.

ULRICH (R.). — **Medizinische Aspekte des Kaffeeverbrauchs.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 233-238, réf.

In den letzten fünf Jahren hat der Verbrauch an Röstkaffee beträchtlich zugenommen. Es handelt sich dabei nicht um eine Frage des Wohlstandes, aber der Kaffee ist zum typischen Getränk einer besonders in der Industrie beschäftigten Bevölkerung geworden, welche das subjektive Gefühl hat, der Kaffee sei das Gegenmittel zur Ermüdungsphase und zwar sowohl bei den Handarbei-

tern wie bei den Geistesarbeitern. Oft wird ein Sinken der Leistungsbereitschaft zur Stunde des Frühstücks, um die Mittagszeit und am späten Nachmittag beobachtet, d. h. wenn der Zuckergehalt im Blute gering ist. Dieses Sinken der Leistungsfähigkeit scheint glücklicherweise durch die Einnahme von Kaffee ausgeglichen zu werden.

Man sollte demnach untersuchen, ob der Kaffee auch wirklich ein die körperliche wie die intellektuelle Tätigkeit anregendes Mittel ist. Die Prüfung dieses Problems wird dadurch erschwert, dass der Kaffee hauptsächlich das vegetative Nervensystem des Menschen beeinflusst und auf dem psychisch-somatischen Gebiet, d. h. auf die psychischen und organischen Funktionen wirkt. Das funktionnelle Gleichgewicht des Nervensystems ist jedoch bei der in der Industrie tätigen Bevölkerung sehr gefährdet. Bei allen Kulturvölkern wie z. B. in den Vereinigten Staaten leiden 60 % der Kranken an vegetativer Dystonie, d. h. an Nervenstörungen aller Art. Diese vegetative Dystonie kommt sehr häufig vor und äussert sich durch wichtige Störungen der funktionellen Tätigkeit.

Dieses Problem wird im Rahmen der neuesten Entdeckungen der Forschung und der Ergebnisse erörtert, denenzufolge die an Störung des vegetativen Nervensystems Leidenden ihre Leistungsfähigkeit durch Aufnahme von coffeinhaltigen Getränken im allgemeinen nicht steigern. Gesunde Menschen aber müssen auf die Gefahr eines bedingungslosen Gebrauchs von das zentrale Nervensystem stimulierenden Mitteln zur Steigerung der Leistung aufmerksam gemacht werden.

ULRICH (R.). — **Aspectos medicales del consumo de café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 233-238, réf.

Durante los últimos cinco años ha crecido considerablemente el consumo de café tostado. Dicho aumento no se debe únicamente a una mayor prosperidad. Se ha vuelto el café la bebida típica de una población principalmente industrial que cree subjetivamente que el café es el antídoto de la fase de depresión, tanto en los trabajos manuales como intelectuales. Muchas veces se observa una disminución de la capacidad funcional en el momento del desayuno, antes del almuerzo y de la caída de la tarde, es decir cuando el contenido de azúcar de la sangre está bajo. La absorpción de café parece compensar esta disminución de capacidad funcional.

En consecuencia se debería verificar que el café es verdaderamente un estimulante de la actividad física e intelectual. El estudio de este problema es difícil ya que el café ejerce sus efectos principalmente sobre el sistema neurovegetativo y en el campo psicosomático, es decir sobre las funciones psíquicas y orgánicas. Sin embargo el equilibrio de la función del sistema nervioso autónomo se halla gravemente amenazado en las poblaciones industriales. En todos los países civilizados como los Estados-Unidos por ejemplo, un 60 % de los enfermos padecen de distonia vegetativa, es decir de alteraciones de los nervios de todas clases. Esta distonia vegetativa es muy frecuente y se manifesta a través de alteraciones importantes de la capacidad funcional.

Este problema se discute a la luz de los recientes adelantamientos de las investigaciones y de los resultados conforme a los cuales las bebidas que contienen cafeina no aumentarían la actividad de los enfermos cuyo sistema nervioso se halla perturbado. Sin embargo es necesario avisar a la gente que goza de perfecta salud que es peligroso el uso inmoderato de stimulantes del sistema nervioso central a efectos de aumentar su actividad.

ULRICH (R.). — **Aspectos médicos do consumo de café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 233-238, réf.

Nestes cinco últimos anos, o consumo de café torrado aumentou consideràvelmente. Não é uma questão de prosperidade mas o café tornou-se a bebida típica de uma população, principalmente industrial, que acredita subjectivamente que o café é o antídoto da fase de depressão e isto quer entre os operários quer entre os intelectuais. Frequentemente, observa-se uma diminuição da capacidade funcional ao pequeno almoço, antes do almoço e à tarde, isto é, quando o teor em açúcar no sangue é fraco. Esta diminuição da capacidade funcional parece felizmente ser compensada pelo consumo de café.

Por consequência, dever-se ia estudar se o café constitui um verdadeiro estimulante da actividade física e intelectual. O estudo deste problema tornou-se difícil pelo facto do café exercer os seus efeitos principalmente no sistema neuro-vegetativo do homen e agir no domínio psicosomático, isto é, sobre as funções psíquicas e orgânicas. O equilíbrio da função do sistema nervoso autónomo é, entretanto, muito ameaçado nas sociedades industriais. Em todos os países civilizados, como por exemplo os Estados Unidos, 60 % dos doentes sofrem de distonia vegetativa, isto é, de desequilíbrios nervosos de toda a espécie. Esta distonia vegetativa é muito frequente e traduz-se por perturbações importantes da capacidade funcional.

Este problema é discutido no âmbito das últimas descobertas da investigação e, os resultados demonstram que, os doentes cujo sistema neuro-vegetativo foi perturbado, não aumentariam a sua actividade pela absorção de bebidas contendo cafeína. Entretanto, as pessoas saudáveis devem ser prevenidas do perigo da utilização incondicionada dos estimulantes do sistema nervoso central, para lhes proporcionar um acréscimo de actividade.

ON THE QUESTION OF THE SHARE OF CHLOROGENIC ACID, TRIGONELLINE AND COFFEE OIL IN THE PHYSIOLOGICAL EFFECTS OF COFFEE BEVERAGES

G. CZOK
Physiologisch-Chemisches Institut der Universität Mainz

In the physiological effects of coffee beverages, caffeine undoubtedly plays an important role but it is certainly not the only effective substance in coffee as is still believed a lot, even to-day. The untenability of such an opinion can be seen from the following observations.

1. The effects of a pure caffeine solution differentiate in many ways from the effect of a coffee beverage with corresponding caffeine content (1, 2).

2. A beverage which is prepared from caffeine-free coffee is also able to cause certain physiological effects, namely particularly to the brain, the stomach, the bile secretion and the intestines (1, 2, 3, 4).

During the course of tests on the physiological effects of coffee beverages, we worked on various substances at the Physiological-Chemical Institute of Mainz University for the last years, amongst others chlorogenic acid, trigonelline and coffee oil, with regard to their physiological and pharmacological properties (5, 6, 7, 8, 9, 10). The following reports upon the most important results. In addition, within the framework of this article, the question will be dealt with of whether and how far the coffee substances chlorogenic acid, trigonelline and coffee oil play a part in the physiological effects of coffee.

The **chlorogenic acid** or more exactly the chlorogenic acids are found in coffee beverages to about 2-4 per cent. The chlorogenic acids are ester-like compounds of caffeic acid and quinic acid. We can distinguish between the chlorogenic acid itself (3-caffeyl-quinic acid) and the chlorogenic acid isomers which are usually described as neo-chlorogenic acid, iso-chlorogenic acid and



« compound 510 » (11, 12, 13). Of the total chlorogenic acids in coffee, about 25 per cent chlorogenic acid isomers are found of which neo-chlorogenic acid prevails in quantity (14). Nothing can be said at present on the effects of chlorogenic acid isomers as there are no data available.

The toxicity of chlorogenic acid is comparatively low according to available tests. Rabbits, cats, rats and mice can be given several grams of chlorogenic acid per kilogram body weight orally or parenterally without any toxic state resulting (15).

Some additional tests were made to clarify the question

of whether chlorogenic acid develops certain effects on functions of the stomach, the central nervous system, the intestine and on the bile secretion.

In order to check the influence of chlorogenic acid on the central nervous system, seizure threshold measurements were made on rats using the method of GERLICH (16). This method is known to permit measurements of the excitability of the central nervous system and is thus very well suited to measure the effectiveness of certain drugs on the central nervous system.

Fig. 1 shows the results of the seizure threshold measurements obtained after administration of chlorogenic acid in doses of 3.75, 7.5 and 15 mg per kilogram body weight. On the ordinate the percentage of changes in the seizure threshold, on the abscissa the time after administration of chlorogenic acid is registered. In general, the following can be said of curves of seizure thresholds.

A decline in the curve indicates an increase of the excitability of the central nervous system, whereas a rise of the curve allows the conclusion of a decrease of the excitability of the central nervous system. Obviously, chlorogenic acid causes a rise in the excitability of the central nervous system, this effect being clearly enhanced with increasing doses of chlorogenic acid. The effectiveness of chlorogenic acid on the central nervous system was also proved, apart from us, by HEYL (17), who examined the locomotive activity of mice after application of chlorogenic acid.

The effect on the central nervous system of chlorogenic acid suggested a comparison with that of caffeine. Therefore, seizure threshold measurements after administration of caffeine were performed. Fig. 2 shows the results of these tests in which 1.25, 2.50 and 3.75 mg per kilogram body weight were administered and these tests show that chlorogenic acid has about one-sixth of the effectiveness of caffeine.

In tests with human beings the effect of chlorogenic acid, caffeic acid and quinic acid on the stomach was examined. 200 mg of the named compounds were administrated orally and in samples of gastric juice obtained through fractionated aspiration, the values for the free hydrochloric acid and the total acidity were determined. After administration of chlorogenic acid (Fig. 3) a regular stimulation of the secretion of gastric juice could be achieved, in the course of which acid values increased considerably. After administration of caffeic acid, this effect became also obvious, although less marked, while after administration of quinic acid either no or only a non-significant effect on the stomach could be observed.

The effect of chlorogenic acid on the secretion of bile juice was tested by introducing a thin catheter into the bile-duct of rats. The bile was then collected. The results of these tests are shown in Fig. 4.

It can be seen that bile secretion after administration of chlorogenic acid, represented in the full columns, is significantly increased compared to untreated control animals (empty columns).

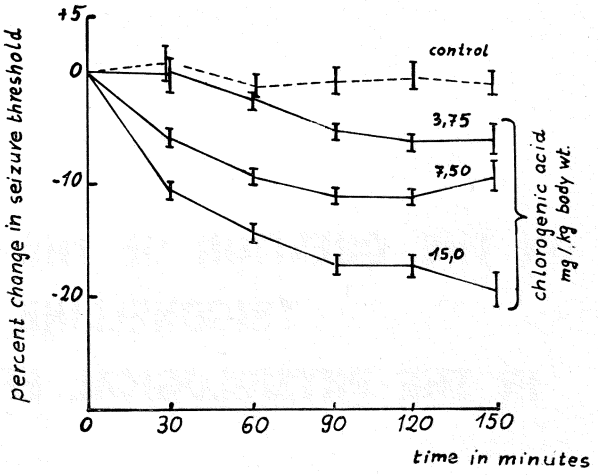


Fig. 1. — *Changes in the seizure threshold of rats after oral administration of different doses of chlorogenic acid. The single curves represent the average of* 10 *experiments with their standard deviation*

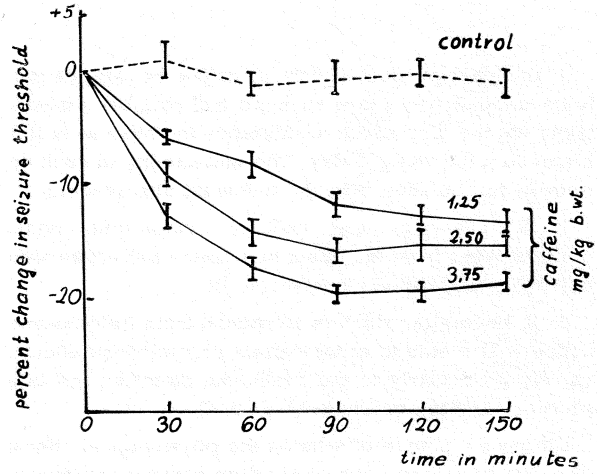


Fig. 2. — *Changes in the seizure threshold of rats after oral administration of different doses of caffeine. The single curves represent the average of* 10 *experiments with their standard deviation*

The effect of chlorogenic acid on the intestines was tested in mice by means of the ink transportation method. After the administration of the substance to be tested, an ink solution was administered and the transportation of the ink in the intestines determined after a certain period. The Table 1 shows the results of these tests. It can be seen that after doses of chlorogenic acid of 5 to 40 mg per kilogram body weight, transportation of the ink was increased to a large degree, which allows conclusions as to the stimulation of the intestinal motility.

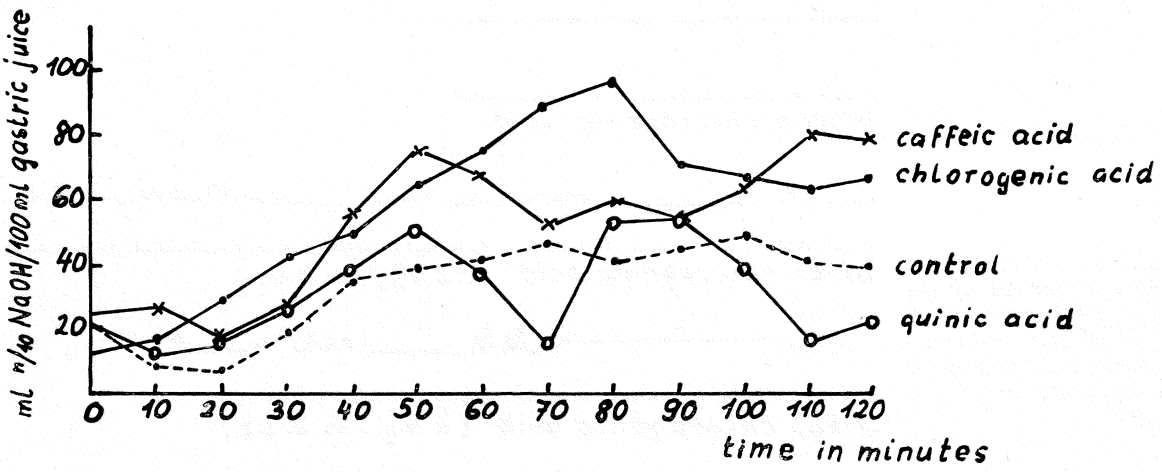


Fig. 3. — *Changes in secretion of free hydrochloric acid in the stomach of a normal person after oral administration of chlorogenic acid, caffeic acid and quinic acid*

TABLE 1

Effect of chlorogenic acid on the intestinal motility of mice

		ink transportation (per cent intestinal length)			
		$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	p	
control	(n = 20)	51,2	± 2,13	—	
chlorogenic acid orally	5 mg/kg (n = 20)	61,2	± 2,13	< 0,01	> 0,001
—	10 mg/kg (n = 10)	62,0	± 3,24	< 0,01	> 0,001
—	20 mg/kg (n = 10)	67,0	± 1,76	< 0,001	
—	40 mg/kg (n = 10)	69,9	± 2,12	< 0,001	

A similar effect could also be observed in tests with rats, where after insertion of a small rubber balloon in the small intestine, recording of the intestinal motions was possible. Fig. 5 shows the curves obtained in these tests, and it can be seen that after administration of chlorogenic acid in doses of 2 to 4 mg/kg the motility of the intestines is considerably increased.

According to findings just mentioned, effects on the central nervous system and the gastro-intestinal tract may be obtained with human beings and animals after administration of chlorogenic acid in a dose of 3 to 4 mg/kg. As the quantities of chlorogenic acid absorbed with coffee are more or less of the same magnitude (1 cup of coffee contains about 300 mg chlorogenic acid, i. e.

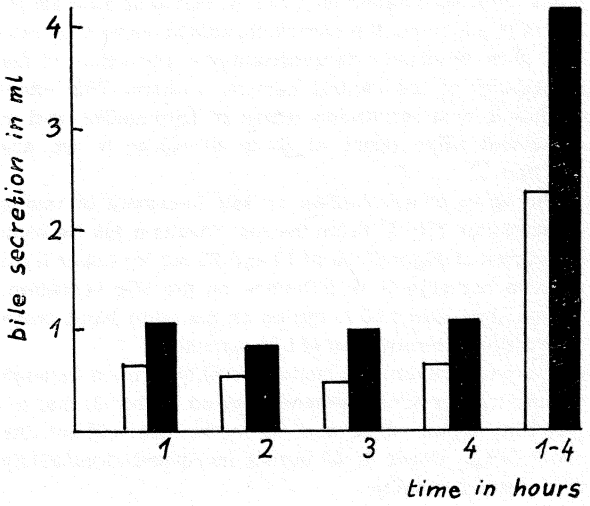


Fig. 4. — *Effect of chlorogenic acid on the bile secretion of rats. The empty columns represent the control, the full columns the experimental group (40 mg of chlorogenic acid/kg body weight). Each group consisted of 5 rats*

about 4 to 5 mg/kg), it may be assumed that chlorogenic acid also has a share in the physiological effects of coffee.

Trigonelline is, according to its chemical structure, the methyl betain of nicotinic acid and is found in the coffee in a quantity of about 0.5 per cent.

Like chlorogenic acid, trigonelline has only a very low toxicity. Thus trigonelline doses of 1 g/kg administered to rabbits and cats had no toxic effect (18). In mice, the lethal dose in i. p. injection is higher than 3 g/kg (19).

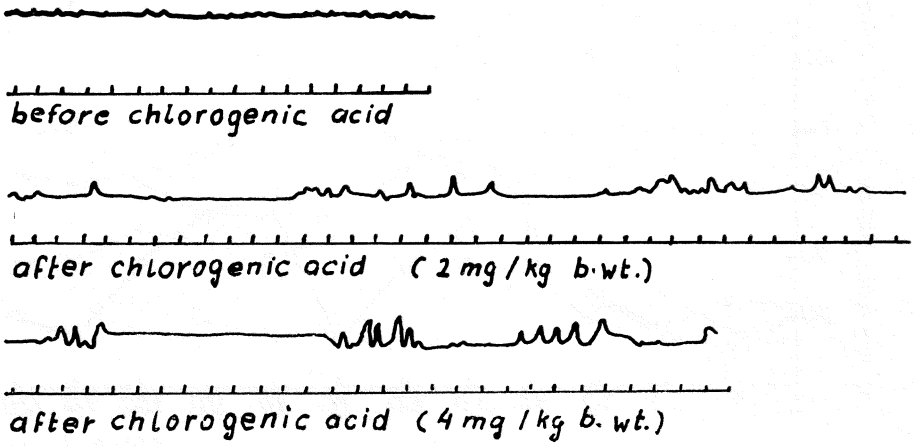


Fig. 5. — *Motility of rat-intestine (recorded by the rubber balloon method) before and after oral administration of chlorogenic acid. Time recording in minutes*

In some tests, the effect of trigonelline on the central nervous system, bile secretion and intestinal activity was tested.

As far as the central nervous system is concerned, it has been established (see Fig. 6) that after administration of trigonelline, the seizure threshold curve is increased, thus obviously demonstrating a reduction of the excitability of the central nervous system. This effect augments with increasing doses of trigonelline and is significant when doses of 20 to 40 mg/kg b. wt. are reached.

The effect of trigonelline on bile secretion of rats is shown in the Fig. 7. From the test results it can be seen that doses of trigonelline of 10 and 20 mg/kg either have no or a non-significant influence on the bile secretion. Trigonelline doses of 40 mg/kg on the other hand cause a considerable reduction of bile secretion.

The examination of intestinal motility in mice through the ink transportation method showed (Table 2) that trigonelline doses of 10 and 20 mg/kg are without any effect, while doses of 40 mg/kg increased significantly the intestinal motility.

TABLE 2

Effect of trigonelline on the intestinal motility of mice

		ink transportation (per cent intestinal length)			
		$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	p	
control	(n = 20)	51,20	± 2,13	—	
trigonelline orally	10 mg/kg (n = 10)	50,58	± 1,39	< 0,90	> 0,80
—	20 mg/kg (n = 10)	55,06	± 3,20	< 0,40	> 0,30
—	40 mg/kg (n = 10)	59,15	± 1,61	< 0,02	> 0,01

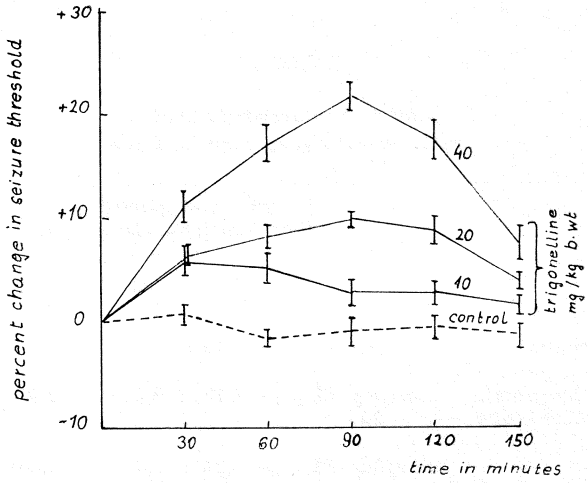


Fig. 6. — *Changes in the seizure threshold of rats after oral administration of different doses of trigonelline. The single curves represent the average of 10 experiments with their standard deviation*

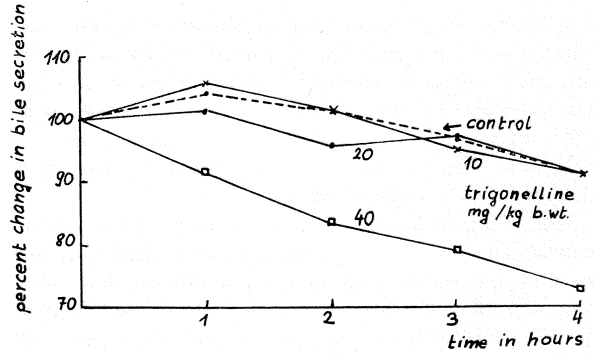


Fig. 7. — *Changes in the bile secretion of rats after oral administration of different doses of trigonelline*

As a consequence of these results, the administration of trigonelline causes certain effects in the organism, and the question must be asked whether effects of trigonelline can be expected when drinking coffee. A simple reflection shows that this is not the case. From the trigonelline concentration in coffee it can be reckoned that with one cup of coffee about 0,5 to 1 mg/kg trigonelline is taken up, amounts which are one to two orders of magnitude lower than the trigonelline amounts established as being effective here.

Since, by the roasting of coffee beans, trigonelline is transformed to a greater part into nicotinic acid (21, 22), the coffee beverage represents an important source of this vitamin as could be shown by DEVELEY (23, 24) recently.

Coffee oil which, compared to other vegetable oils, has a very high amount of unsaponifiable material, is present in the beverage, when made in the usual manner, in only very small quantities. In accordance with the latest trials of KAUFMANN and SCHICKEL (20) roasted coffee beans contain about 15 % of lipids ; 1/500 of this amount is found in coffee beverage.

The acute toxicity of coffee oil which was extracted from roasted coffee by ether, was comparatively low in animal tests. LD_{50} found for mice was 4.88 g/kg after oral administration. Continual feeding of coffee oil to rats was found to be toxic if there was more than 5 per cent in the diet. The tested animals lost weight, and showed decreased food efficiency and high lethality. In tests in which rats received 2.5 or 1.25 per cent coffee oil in their diet, there was no increased lethality and only a small influence on growth and food efficiency.

In tests with rats the effect of coffee oil on the central nervous system was also examined, whereby the seizure threshold method was used. The results are shown in Fig. 8.

It was found in these tests that coffee oil causes a clear increase of central nervous system activity if given in doses of 12.5 to 50 mg/kg. The effect was much weaker than that of chlorogenic acid and caffeine. The ratio of effective doses of caffeine : chlorogenic acid : coffee oil was 1 : 6 : 20 on a weight basis.

The question as to whether coffee oil in the coffee beverage can also cause an increase of central nervous system activity can certainly be denied, as in the coffee beverage there are only very small amounts of coffee oil. In one cup of coffee there are only about 3 mg of coffee oil, which would correspond to a coffee oil intake of about 0.05 mg/kg body wt.

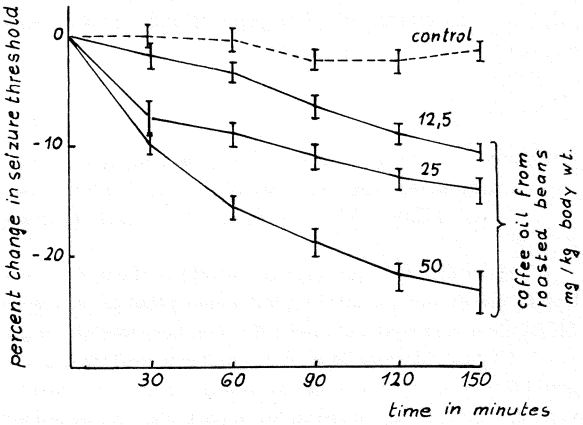


Fig. 8. — *Changes in the seizure threshold of rats after oral administration of the oil from roasted coffee beans. The single curves represent the average of 10 experiments with their standard deviation*

REFERENCES

1. O. EICHLER. — Kaffee und Koffein. Julius Springer, Berlin, 1938.
2. G. CZOK, K. LANG. — *Arzneimittelforschg.* **13**, 908, 1963.
3. B. BEHRENS, G. MALORNY. — *Arch. exp. Path. u. Pharmak.* **194**, 369, 1940.
4. D. KUDSI. — Inaug. Diss. Hamburg, 1964.
5. G. CZOK, K. LANG. — *Arzneimittelforschg.* **11**, 448, 1961.
6. G. CZOK, K. LANG. — *Arzneimittelforschg.* **11**, 545, 1961.
7. G. CZOK. — *Medizin und Ernährung.* **2**, 229, 1961.
8. G. CZOK. — *Arzneimittelforschg.* **14**, 152, 1964.
9. G. CZOK, K. LANG, W. KIECKEBUSCH. — *Arzneimittelforschg.* **12**, 1195, 1962.
10. W. KIECKEBUSCH, G. CZOK, A. FRICKER, W. GRIEM. — *Arzneimittelforschg.* **14**, 1249, 1964.
11. H. M. BARNES, J. R. FELDMANN, W. V. WHITE. — *J. Amer. Chem. Soc.* **72**, 4178, 1950.
12. I. W. CORSE. — *Nature* (London). **172**, 771, 1953.
13. E. SONDHEIMER. — *Arch. Biochem. Biophys.* **74**, 131, 1958.
14. U. KRÖPLIEN. — Inaug. Diss. Hamburg, 1963.
15. K. SCHÜBEL. — *Arch. exp. Path. u. Pharmak.* **190**, 199, 1938.
16. N. GERLICH. — *Arch. exp. Path. u. Pharmak.* **207**, 160, 1949.
17. H. HEYL. — Inaug. Diss. Hamburg, 1963.
18. A. KOHLRAUSCH. — *Z. Biol.* **57**, 237, 1912.
19. F. HAUSCHILD. — Pharmakologie u. Grundlagen der Toxikologie. Thieme Verlag, Leipzig, 1960.
20. H. P. KAUFMANN, R. SCHICKEL. — *Fette, Seifen, Anstrichmittel.* **67**, 115, 1965.

21. L. TEPLY, R. PRIER. — *Agric. a. Food Chem.* **5,** 375, 1957.
22. R. BRESSANI, D. NAVARRETE. — *Food Res.* **24,** 344, 1959.
23. R. DEVELEY. — *Internat. Z. Vitaminforschg.* **32,** 467, 1962.
24. R. DEVELEY. — *Praxis. Schweiz. Rundschau f. Medizin.* **53,** 669, 1964.

DISCUSSION

M. CLARKE : I would like to ask whether the physiological effects described with chlorogenic acid, occur similarly with its different isomeric forms, and importantly with its transformation products during roasting. After all, much chlorogenic acid is destroyed during roasting, particularly in dark roasting.

— M. CZOK : It is well known that during roasting the chlorogenic fraction of coffee is partly decomposed and chlorogenic itself and chlorogenic isomers are affected in a different manner. Further studies are provided to reveal the physiological effects of chlorogenic isomers and of certain substances which are formed in the decompositon of chlorogenic acid.

CZOK (G.). — **Le rôle de l'acide chlorogénique, de la trigonelline et de l'huile de café dans les effets physiologiques du café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 239-246, fig., tabl., réf.

Selon nos derniers résultats, le café contient, en plus de la caféine, diverses autres substances qui ont une action biologique. Ces dernières années, notre institut a étudié tout particulièrement quelques substances essentielles du café, telles que l'acide chlorogénique, la trigonelline et l'huile du café. Les résultats les plus importants de ces études sont présentés dans cet exposé.

L'acide chlorogénique, qui représente environ 2 à 3 % du café, n'a qu'une faible toxicité, mais n'est pas sans action sur l'organisme. Ainsi, les rats et les souris nourris avec de l'acide chlorogénique ont montré une excitabilité accrue du système nerveux central, une secrétion biliaire plus importante, une augmentation du péristaltisme. Chez l'être humain, on a noté en plus une production accrue d'acide chlorhydrique dans l'estomac après l'absorption d'acide chlorogénique. Parmi les composants de l'acide chlorogénique, l'acide caféique avait une action très nette sur l'estomac. Cette action était cependant inférieure à celle de l'acide quinique. D'après ces résultats, il est très probable que l'acide chlorogénique joue un rôle dans les effets du café, car les doses biologiquement efficaces étaient comprises entre 3 et 4 mg/kg du poids du corps.

La trigonelline représente environ 0,5 % du café ; elle est comme l'acide chlorogénique d'une très faible toxicité. La trigonelline a diminué l'excitabilité du système nerveux central, la sécrétion biliaire et a stimulé légèrement le péristaltisme des rats et des souris qui en avaient absorbé 40 mg/kg du poids du corps. Puisque l'absorption de trigonelline lors de la consommation du café s'élève à 0,5-1 mg/kg du poids du corps, il est très improbable que cette substance joue un rôle dans les effets du café.

Les grains de café contiennent des quantités relativement importantes de lipides (huile de café), dans lesquels on trouve beaucoup de constituants tels que les triglycérides, les stérines et les diterpènes (cafestol, kahweol). Les rats ayant absorbé de l'huile de café dans leur alimentation pendant longtemps ont augmenté de poids plus lentement, la nourriture leur était moins profitable et leur mortalité a augmenté ; en outre la température de leur corps était plus basse et le fonctionnement de leur foie, contrôlé à l'aide de bromosulfophtaléine, était réduit. L'absorption de café seul a augmenté l'excitabilité du système nerveux central. Les effets mentionnés ci-dessus étaient plus importants après l'absorption de café torréfié qu'après l'absorption d'huile de café vert. Puisque les doses biologiquement efficaces de l'huile de café sont relativement élevées par rapport à la quantité consommée lors de l'absorption de café (environ 0,05 mg/kg du poids du corps), son effet dans le café boisson ne semble pas important.

CZOK (G.). — **On the question of the share of chlorogenic acid, trigonelline and coffee oil in the physiological effects of coffee beverages.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 239-246, fig., tabl., réf.

According to our latest results, coffee contains besides caffeine various other substances with biological activity. During recent years, some essential substances contained in coffee, such as chlorogenic acid, trigonelline and oil of coffee, were the subject of special study in our Institute. The most important results of these studies are discussed here.

The chlorogenic acid, of which coffee contains approximately 2-3 %, is only of low toxicity, but is not inactive on the organism. Thus, examinations of rats and mice after feeding them with chlorogenic acid showed an increased excitability of the central nervous system, an increase in biliary secretion and a stimulation of peristalsis. In the human being an increased hydrochloric acid secretion in the stomach appeared after the absorption of chlorogenic acid. Among the components of chlorogenic acid, caffeic acid also had a very marked effect on the stomach. This effect, however, was less than that of quinic acid. According to these results, a participation of chlorogenic acid in the effects of coffee is very probable, since the biological-effective doses were between 3 and 4 mg/kg body weight.

The trigonelline found in coffee amounts to approximately 0.5 % and, like chlorogenic acid, is of very low toxicity. In examinations of rats and mice, trigonelline caused a decrease in excitability of the central nervous system, a decline of biliary secretion and a slight stimulation of peristalsis after doses of 40 mg/kg body weight. Since the absorption of trigonelline by drinking coffee only amounts to 0,5-1 mg/kg body weight, any influence of this substance in the effects of coffee is very improbable.

The coffee bean contains relatively large quantities of lipoidic material (oil of coffee), in which many compounds, such as triglycerides, sterines and diterpenes (cafestol, kahweol) are found. Rats having received oil of coffee in their diet over a long time showed a slower increase in weight, an impaired food utilisation and an increased mortality. Besides, the body temperature of these animals was lowered and the action of the liver tested with bromsulphonphthaleine was reduced. Absorption of coffee alone caused an increase in excitability of the central nervous system. The above mentioned effects were stronger after the absorption of roasted coffee than after feeding with raw coffee oil. Since the biological effective doses of oil of coffee are relatively high in comparison to the quantity consumed on drinking coffee (about 0.05 mg/kg body weight), the effect in coffee as a beverage does not seem to be important.

Czok (G.). — **Die Rolle der Chlorogensäure, des Trigonellins und des Kaffee-Öls bei den physiologischen Wirkungen des Kaffees.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 239-246, fig., tabl., réf.

Nach oraler Verabreichung von Chlorogensäure wurde bei Ratten und Mäusen eine Zunahme der zentralen Erregbarkeit, der Galleausscheidung und der Darmmotilität festgestellt. Beim Menschen bewirkten Chlorogensäure und Kaffeesäure ausserdem eine gesteigerte Salzsäurebildung im Magen ; die Chinasäure war demgegenüber wirkungslos. Da in diesen Versuchen die biologisch wirksamen Chlorogensäuremengen bei 3 bis 4 mg/kg K.-Gew. gelegen waren und die Chlorogensäureaufnahme beim Kaffeetrinken in der gleichen Grössenördnung gelegen ist, dürfte damit zu rechnen sein, dass die Chlorogensäure auch bei den physiologischen Wirkungen des Kaffees mitbeteiligt ist.

Oral zugeführtes Trigonellin war bei Ratten und Mäusen nur dann wirksam, wenn es in verhältnismässig hohen Mengen (20 bis 40 mg/kg) zur Aufnahme gelangte. Es wurde dann eine Abnahme der zentralen Erregbarkeit und Galleausscheidung sowie eine leichte Stimulierung der Darmmotilität beobachtet. Da die mit dem Kaffeegetränk aufgenommenen Trigonellinmengen nur 0.5 bis 1.0 mg/kg K.-Gew. betragen ist, ist mit einer Wirkung dieser Substanz kaum zu rechnen.

Kaffee-Öl, das durch Extraktion von Röstkaffee erhalten worden war, erwies sich als toxisch,wenn Ratten mehrere Wochen lang dieses Öl zu 5 % in ihrem Futter erhielten. Die Tiere zeigten eine Wachstumshemmung, eine herabgesetzte Futter-Efficiency und eine erhöhte Sterblichkeit. Ohne nachteilige Wirkung war demgegenüber eine Verfütterung von Kaffee-Öl, wenn es in Mengen von 2.50 oder 1.25 % dem Futter zugesetzt wurde. Einzelgaben von Kaffee-Öl führten weiterhin zu einer deutlichen Steigerung der zentralen Erregbarkeit, wenn die verabreichten Mengen zwischen 12.5 und 50.0 mg/kg K.-Gew. gelegen waren. Da die mit dem Kaffeegetränk aufgenommenen Mengen an Kaffee-Öl nur verschwindend klein sind (eine Tasse Kaffee enthält etwa 3-4 mg Kaffee-Öl, woraus sich eine Aufnahme von etwa 0.05 mg/kg errechnet) ist eine Mitbeteiligung des Kaffee-Öls an den physiologischen Wirkungen des Kaffeegetränks wenig wahrscheinlich.

Czok (G.). — **El papel del ácido clorogénico, de la trigonelina y del aceite de café en los efectos fisiológicos del café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 239-246, fig., tabl., réf.

Según los últimos resultados de nuestros estudios, se hallan en el café, además de la cafeina, otras substancias que producen un efecto biológico. Durante los últimos años nuestro instituto ha estudiado especialmente algunas substancias esenciales del café como el ácido clorogénico, la trigonelina y el aceite de café. Se presentan aquí los resultados más importantes de dichos trabajos.

El ácido clorogénico, que se encuentra en el café en la proporción de 2 à 3 % aproximadamente, sólo presenta una ligera toxicidad, pero afecta al organismo. Por ejemplo los ratones y ratas nutridos con el ácido clorogénico mostraron una mayor excitabilidad del sistema nervioso, una secreción de bílis más grande y un aumento del peristaltismo ; en el organismo humano se ha observado además una mayor producción de ácido clorhídrico en el estómago después de la absorpción de ácido clorogénico.

Entre los componentes del ácido clorogénico, el ácido cafeico tuvo un efecto innegable sobre el estómago. Su acción fué, sin embargo, inferior a la del ácido quínico. Según estos resultados, muy probablemente el ácido clorogénico desempeña un papel en los efectos del café ya que las dosis biológicamente eficaces se hallan comprendidas entre 3 y 4 mg/kg del peso del cuerpo.

La trigonelina representa aproximadamente 0,5 % del café ; como el ácido clorogénico tiene una toxicidad muy baja. La trigonelina disminuye la excitabilidad del sistema nervioso central, la secreción de bílis y estimula ligeramente el peristaltismo de los ratones y ratas que habian ingerido 40 mg/kg del peso de su cuerpo de esta substancia. Como la trigonelina absorbida con el café representa 0,5-1 mg/kg del peso del cuerpo humano, muy probablemente esta substancia no desempeña un papel en los efectos del café.

Los granos de café incluyen cantidades relativamente importantes de materias grasas (aceites de café) en los cuales se hallan muchos constituyentes como los triglicéridos, las estearinas y los diterpenos (cafestol, kahweol). Las ratas que durante mucho tiempo habían absorbido aceite de café mezclado con sus alimentos mostraron aumentos de peso menos rápidos, los alimentos ingeridos no les aprovecharon tanto y su porcentaje de mortalidad fué más elevado ; además era más baja la temperatura de su cuerpo y más reducido el funcionamiento de su hígado que se controló con bromosulfoftaleína. La absorpción de café solo aumentó la excitabilidad del sistema nervioso central. Los efectos señalados arriba eran más importantes después de la absorpción de café tostado comparados con los efectos después de la absorpción de aceite de café verde. Puesto que las dosis biológicamente eficaces de aceite de café son relativamente elevadas en comparación con la cantidad proporcionada por el café absorbido (0,05 mg/kg del peso del cuerpo aproximadamente), su efecto en la bebida no parece importante.

Czok (G.). — **O papel do ácido clorogénico, da trigonelina e do óleo do café nos efeitos fisiológicos do café.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, 239-246, fig., tabl., réf.

Segundo os nossos últimos resultados, o café contém além da cafeína outras substâncias que têm uma acção biológica. Nestes últimos anos, o nosso instituto estudou muito particularmente algumas substâncias essenciais do café, tais como o ácido clorogénico, a trigonelina e o óleo do café. Nesta comunicação apresentam-se os resultados mais importantes destes estudos.

O ácido clorogénico que representa cerca de 2 a 3 % do café, embora só tenha uma fraca toxicidade, não é completamente inactivo sobre o organismo. Assim, as ratazanas e os ratos alimentados com ácido clorogénico, mostraram uma excitabilidade crescente do sistema nervoso central, uma secreção biliar mais importante, um aumento do peristaltismo. No ser humano, notou-se além disto, uma crescente produção de ácido clorídrico no estômago, após a absorção do ácido clorogénico. Entre os componentes do ácido clorogénico, o ácido cafeico mostrou-se particularmente activo sobre o estômago. Esta acção era no entanto inferior à do ácido químico. A partir destes resultados, é provável que o ácido clorogénico desempenhe papel importante nos efeitos do café, porque as doses biológicamente eficazes estavam compreendidas entre 3 e 4 mg/kg de peso do corpo.

A trigonelina representa cerca de 0,5 % do café ; tem como o ácido clorogénico uma muito fraca toxicidade. A trigonelina diminuiu a excitabilidade do sistema nervoso central, a secreção biliar e estimulou ligeiramente o peristaltismo das ratazanas e dos ratos que tinham absorvido 40 mg/kg do peso do corpo. Visto que a absorção da trigonelina, pelo consumo de café, atinge 0,5-1,0 mg/kg do peso do corpo, é improvável que esta substância desempenhe papel importante nos efeitos do café.

O grão de café contém quantidades relativamente importantes de gorduras (óleo de café), nos quais se encontram muitos constituintes como os trigliceridos, as esterinas e as diterpenas (cafestol, « kahweol »). As ratazanas que absorveram óleo de café na sua alimentação durante longo tempo aumentaram de peso mais lentamente, o alimento era-lhes menos proveitoso e a sua mortalidade aumentou. Por outro lado, a temperatura do seu corpo era mais baixa e o funcionamento do fígado, controlado pela bromosulfoftaleína, foi reduzido. A absorção exclusiva de café aumentou a excitabilidade do sistema nervoso central. Os efeitos acima mencionados foram mais importantes depois da absorção de café torrado, do que após a absorção de óleo de café cru. Dado que as doses, biológicamente eficazes do óleo de café, são relativamente elevadas por comparação com a quantidade consumida, a partir da absorção de café (cerca de 0,05 mg/kg de peso do corpo), o seu efeito na bebida de café não parece ter importância.

THE IMPORTANCE OF FIELD PROCESSING TO THE QUALITY OF EAST AFRICAN COFFEES

A. E. WOOTTON
East African Industrial Research Organization, Nairobi

In East Africa, the field processing of arabica coffees, by which is meant the processing steps between picking the cherry and submitting the dry parchment coffee to the mills, has always received considerable attention. The work of both BECKLEY (1) and CASE (2) demonstrates the importance that has been attached for the past 35 years to the so-called fermentation of coffee. More recently the researches of LLEWELYN (3) and, later, McCLOY (4) have ensured that East Africa is perhaps better informed than any other coffee-producing country on the relationship of sun and mechanical drying to final coffee quality ; their recommendations have become standard practice throughout East Africa. It is encouraging to note that, over the past few years, a small but increasing proportion of the robusta crop grown in Uganda has been subjected to the same high standards of field processing as those accepted for the arabicas.

The invaluable summary on coffee technology published by WILBAUX (5), together with the earlier work of CASE, has provided the stimulus to the recent studies (6) on coffee fermentation undertaken in East Africa, the main conclusions of which are described briefly in the following discussion. The recent developments hinge very largely upon the first simple experiments which clearly demonstrate that the inherent quality of the coffee bean is poor, from which it follows that the subsequent processing is responsible for an enhancement of quality. This is in contrast to the majority opinion held in East Africa until recently which was that the care and close supervision demanded by the fermentation process, in particular, was necessary merely to avoid the deterioration of the raw appearance of the coffee and to avoid the development of taints.

The inherent tendency to a poor raw bean colour with a markedly brown centre-cut and silverskin conflicts with the desirable ideal of a grey-blue, or even blue, bean with a white centre-cut and silverskin. Any hint of brown-ness in bean tissue or silverskin is sufficient to spoil the assessed quality. There is a strong correlation between a good raw appearance and the fine, mild flavour and high acidity characteristic of East African arabica coffee.

The measure of quality which is employed below is the classification awarded by the Liquoring Department of the Kenya Coffee Marketing Board. The class achieved is dependent upon the raw appearance, roast appearance and liquor of the coffee and may range from the highest classification, class one, to class ten.



THE INHERENT QUALITY OF COFFEE BEANS

An assessment of the inherent quality of freshly pulped coffee is necessary in order to determine the influence of accepted fermentation procedures, or possible alternatives, upon coffee quality. A practical method for the immediate removal of mucilage from freshly pulped beans is required, therefore, which does not affect the bean within the parchment in any way. In the first of the following two paragraphs, the quality of beans from which the mucilage has been removed by a convenient laboratory procedure using sodium hydroxide is compared with the quality of beans which have been dissected from their enveloping parchment and mucilage layers* immediately after pulping. In the second case, the alkali method is compared with the removal of mucilage by hand, also in terms of final coffee quality.

(**a**) On the laboratory scale, it is possible, although extremely tedious, to remove coffee beans from their containing parchment and adherent mucilage whilst still in the fresh state, immediately after pulping, and in such a way that the silverskin is undisturbed. It is also possible to remove the mucilage from freshly pulped coffee beans by the use of sodium hydroxide.

Three samples of coffee cherry were obtained and beans were removed from their containing parchment and mucilage with the aid of scalpels from a portion of each. The mucilage was removed from the remainder of each sample by means of sodium hydroxide using the following procedure :

« To one volume of beans is added three volumes of 0.1 N NaOH. The beans are stirred vigorously for 10 minutes, ensuring that none is at rest. The beans plus liquor are poured into a large Buchner funnel or onto a wire-mesh tray in such a way that the liquor passes to waste immediately. They are then rinsed with tap water for 5 minutes with constant agitation. Following a final 5 minutes soaking in a great excess of tap water, the beans are again drained on a wire-mesh tray and are then ready for drying or for further treatment. »

All six sub-samples were dried in diffuse sunlight. When dry, it was apparent that all six had a poor raw appearance, a brown centre-cut and associated silverskin being particularly evident. The liquors for the two treatments of each sample were barely distinguishable, although in each case the sub-samples removed by hand from the parchment were given a marginal preference over those treated with alkali.

(**b**) A quantity of cherry was pulped and divided into two portions. Mucilage was removed from one portion by « working » the beans between the hands for a considerable time and from the other portion by treating with sodium hydroxide using the method described above. The samples were sun-dried. The finished samples were almost identical both in raw appearance and liquor, the hand-cleaned sample possessing a shade better colour and the alkali treated sample being slightly preferred as regards liquor.

Neither the direct removal of the bean from its containing parchment and mucilage nor the removal of the mucilage by hand can conceivably affect the quality of the bean directly. Yet when each of these procedures has been compared with the removal of mucilage by alkali, the samples are finally indistinguishable.

It is apparent that the use of a sodium hydroxide solution to remove mucilage under the conditions described above does not affect the inherent quality of the bean in any way.

It follows, therefore, that coffee beans have an inherent tendency to a poor raw appearance, a dominant feature of which is a brown centre-cut and silverskin.

THE EFFECT OF DRY FERMENTATION UPON QUALITY

In the cases of six conventional dry fermentations, conducted at different estates and at different times, a sample of freshly pulped coffee was collected initially, treated with sodium hydroxide to remove mucilage using the standard procedure, and put out to sun-dry immediately. The classifications achieved by the chemically treated and the fermented coffees are listed in Table 1.

It is evident that the normal fermentation process leads to a mean quality enhancement of one class. The improvement is accounted for mainly by a marked reduction in brown-ness of centre-cut and silverskin and a somewhat better overall bean colour.

This conclusion is contrary to the belief that fermentation does not contribute to final coffee quality and that the care demanded by the process is necessary merely to avoid deterioration of the raw appearance and the development of taints.

* Carried out by Dr. T. WORMER of the Coffee Research Station, Kenya.

TABLE 1

A comparison of the qualities achieved by alkali treatment and by dry fermentation

Alkali treated (class)	Dry fermented (class)
6	5
6	5 —
6	5
7	6
7	7
6	4

THE INFLUENCE OF A SOAKING EFFECT UPON QUALITY

Supplementary to the knowledge that a dry fermentation improves coffee quality, there are the conclusions of the work of CASE (2) which clearly demonstrate that under-water fermentation provides coffee with a better raw appearance than dry fermentation and that the improvement is the greater the longer the time taken.

A simple explanation for this phenomenon is merely that the components of the centre-cut and silverskin, in particular, which give rise to a brown coloration on exposure to the atmosphere are able to diffuse outwards through the parchment and into the surrounding aqueous mass during fermentation. Such a diffusion is greatly encouraged by a high moisture level in the medium immediately adjacent to the parchment, i.e. under-water conditions are favourable to an attractive raw appearance, an established fact. It is also evident, however, that the mucilage still adhering to the parchment should impede the diffusion. There is some evidence that this is the case.

Furthermore, the diffusion effect, although affected by the presence of mucilage, is clearly independent of the process of mucilage degradation and it should therefore be the case that the soaking of coffee, cleaned of its mucilage by sodium hydroxide, results in an enhancement of quality. This is made evident in Table 2.

If it be taken that class « C + » is one third of a class better than « C » and « C — » is one third of a class poorer than « C », it is apparent that the improvement due to a 48-hour soak under water, following the removal of mucilage by sodium hydroxide using the standard procedure, ranges from a minimum of two-thirds of a class to three full classes, with a mean improvement of very nearly two classes.

It is now possible to interpret the results obtained by CASE (7) from coffees cleaned of mucilage by machine and allowed to stand under water for a

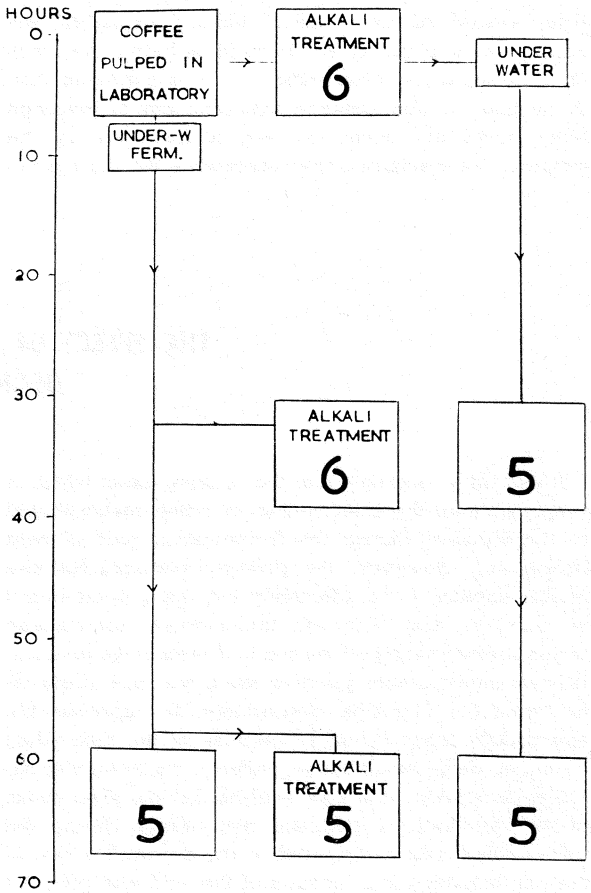


Fig. I. — *Diagrammatic representation of a typical experiment showing the effect of fermentation and of soaking upon quality. The numerals indicate the class achieved.*

TABLE 2

A comparison of the qualities achieved by alkali treatment alone and by alkali treatment followed by an under-water soaking

Alkali treated only (class)	Alkali treated + 48 hours under water (class)
6	5
7	6
7	4
6	4
6	5 —
7	4
6	5 +
7	4

brief period of time. CASE himself explained the improvement in quality so obtained as being the result of a « secondary fermentation » ; it is probable that, at the time, it was assumed that remnants of mucilage lying down the centre-cut and undisturbed by the action of the machine were responsible for the centre-cut brown-ness of coffee which had been subjected to mechanical cleaning and dried immediately. The under-water soaking merely promotes the diffusion discussed above and does not sustain any relevant microbiological reactions inferred by the term « secondary fermentation ».

THE EFFECT OF pH UPON MUCILAGE DEGRADATION

It is clearly desirable that the soaking effect which is responsible for the enhancement of coffee quality should be encouraged during the fermentation part of field processing. However, the primary essential function of fermentation is to effectively rid the pulped beans of mucilage and, although under-water fermentation would seem to satisfy all the requirements of the process, it is an unacceptable practice since the time required for complete mucilage degradation is unpredictable and usually long. Probably because of the time taken by under-water fermentation, coffee so treated is also liable to be tainted. It is now evident that the main cause of the slow rate of mucilage degradation during the under-water state as opposed to the acceptable rate in the dry condition is a function of the acid and pH relationships.

A procedure has been developed from earlier studies (8, 9) whereby the concentrations of butyric, propionic, acetic, formic and lactic acids occurring in coffee fermentations are estimated rapidly and accurately by means of column absorption chromatography. A precisely defined solution gradient, beginning with 100 % chloroform and terminating with 100 % tertiary butanol is used to elute the acids from a silicic acid column. The acids are determined by simple titration of the individual fractions collected by an automatic fraction collector.

Acetic and lactic acids are the dominant and normally the sole acidic products ; lactic acid is itself susceptible to degradation. Under special conditions, which have been discussed in detail elsewhere (10), butyric and propionic acids are also produced relatively late in the fermentation process. The concentration of propionic acid in intimate contact with fermented beans immediately before washing correlates closely to the incidence of a taint known in East Africa as « onion flavour » : the rate of production of propionic is invariably greater than that of its homologue, butyric acid.

Ion exchange and paper chromatographic techniques have been employed in order to detect galacturonic acid, a basic unit of mucilage, in the end products of fermentation. No evidence for the presence of the simple acid has been found.

A major difference between the under-water and dry fermentations is the heavier rate of acid production in the under-water state. As the result of a limited amount of experimentation, it has been shown that, in the under-water state, the efficiency of conversion of sugars to acids appears to be almost twice as great as in the dry condition. The pH of an under-water fermentation, therefore, falls from the initial value of 5.5-6.0 to a value markedly lower than for a dry fermentation.

The relationship between pH and the rate of mucilage degradation has been examined in some detail. At a constant temperature of 25 °C, under-water fermentations have been carried out at a series of pH levels held constant by phosphate-citrate buffers. Samples were removed at intervals and the mucilage still adhering to the parchment was measured, in each case using a technique dependent, finally, upon a colorimetric analytical method for galacturonic acid (11). Because of the lack of a clear-cut end-point to the mucilage degradation it is impossible to arrive at a fermentation time for each value of pH. However, by separately plotting curves of galacturonic acid concentration against time for each pH, the time taken for the weight of galacturonic acid, expressed as a percentage of the fresh bean weight, to fall to the arbitrary low level of 0.05 can be interpolated. Values so obtained are listed in Table 3 and plotted in figure III.

TABLE 3

The influence of pH upon rate of mucilage degradation

pH	Time to attain 0.05 % galacturonic acid/fresh bean wt. w/w (hours)
5.90	6.7
5.20	8.6
4.57	10.9
4.23	12.2
3.79	21.8
3.54	25.5

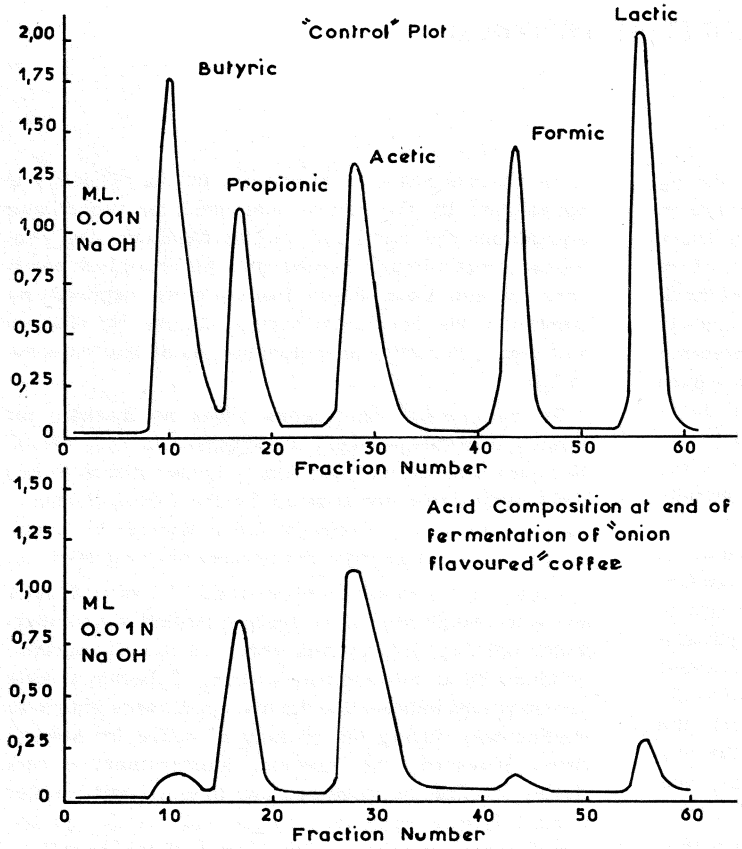


Fig. II. — *Partial organic acid analysis using silicic acid column chromatography.*
Column size : length 21 *cm, diameter* 1,1 *cm.*
Flow rate : 50 *g* (= 10 *fractions*)/*hour.*
Eluate : 100 % *chloroform* + *increasing tertiary butyl alcohol* (« *gradient elution* »).

It is evident that over the pH range 6.0-3.5, the rate of mucilage degradation decreases with fall of pH. At pH 4.00 the time taken for mucilage to be degraded is twice as great as at 5.50. Below pH 4.00, the rate of reaction is very considerably inhibited and at pH 3.65 the reaction takes three times as long as at 5.50.

It is, of course, possible that the buffer salts are capable of directly influencing the pH sensitivity of the mucilage degrading reaction. However, a number of trials of limited scope using quite different buffers (acetate and phthalate) suggest a similar relationship between pH and rate of mucilage degradation.

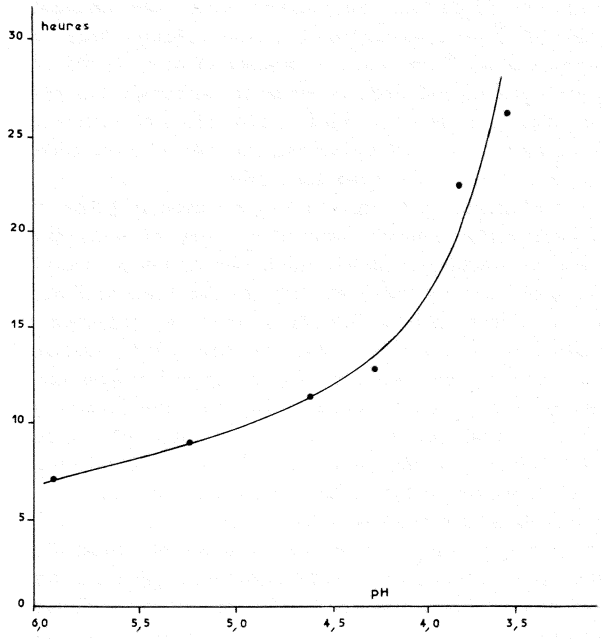


Fig. III. — *The relationship between time to attain* 0.05 % *galacturonic acid and pH.*

A TWO-STAGE PROCEDURE

It is apparent that the lower pH values obtained during an under-water fermentation are a major influence in deciding the slow rate of mucilage degradation experienced in this state. It follows that the conditions which favour the two desired effects, the degradation of mucilage and the enhancement of quality, are not entirely compatible. It would seem, therefore, that it is necessary to promote each effect separately in order to obtain coffee of a consistently high quality. The logical development is to consider a procedure which consists of a first part designed exclusively for the removal of the mucilage and a second designed to promote the equally important improvement in raw appearance.

Since it is now understood that the degradation of mucilage is independent of the quality improvement, it is not necessary to allow the first stage of the procedure to consume more than the minimum practicable time. A marked time-saving is achieved at a number of factories in East Africa by dry-feeding cherry to the pulper, employing a mechanical grader after the pulper which requires little water, dry-feeding the pulped and graded beans into a fermentation tank and recycling all the waters used by the pulper and grader through a recirculation system having as small a total volume as practicable. Coffee which is processing in this way has often completed mucilage degradation within 24 hours and has almost invariably finished within 40 hours, as opposed to the average time of 64 hours or so. There exist a number of other methods of accelerating mucilage breakdown, although it is not yet possible to achieve the practical ideal of 16 hours — the time between pulping and the following morning — using « natural » fermentation only.

Pectic enzyme preparations can be used in place of « natural » fermentation although the cost of achieving complete mucilage removal within 16 hours is regarded as rather high by most planters. At the present time, the use of these preparations is restricted to emergency conditions, i.e. the times when « natural » fermentation is for some reason unduly long or when factories are unable to cope in the normal way with the incoming cherry at peak picking times. An important advantage of the one proprietary pectic enzyme examined in some detail, however, is that it functions almost as well in the under-water as in the dry state.

The degradation of mucilage by either the naturally occurring enzymes or by added pectic enzymes can be replaced by chemical methods or by the use of machines designed for the cleaning of coffee. Sodium hydroxide is an obvious chemical to choose, but its efficiency is outweighed by the concomitant need for redesigned equipment, the need for careful handling, the problems of waste liquor disposal and the blue-black coloration of any bean tissue inadvertently exposed by damage to the parchment during pulping. No efficient and cheap alternative to sodium hydroxide has yet come to light.

At the present time, there exists no machine for removing mucilage which is acceptable in East Africa. However, one of the most widely known machines has been extensively investigated by the Coffee Research Station, Lyamungu, Tanzania and a number of imaginative modifications are in the process of being tried out.

Following the mucilage breakdown, the second stage of the two-stage procedure consists merely of an under-water soaking, having first removed the degradation products by an intermediate washing. Laboratory scale investigations indicate that the raw appearance improves continuously during the soaking of coffee for several days. However, the greatest improvement occurs during the first 24 hours and any longer period under normal factory conditions might well encourage the development of taints, as the result of the growth of micro-organisms, sufficient to outweigh the further enhancement of raw appearance. Accordingly a 24-hour period is considered the most satisfactory time for the second stage.

In Table 4 are listed the quality classifications awarded to samples from a number of experiments in which dry fermentation is compared with the two-stage procedure at equal total times of 40, 64, and 88 hours. In order to arrange for samples which are strictly comparable on a time basis, it has been necessary to allow dry fermentations to continue in the dry fermentation state for a further 24 hours although the mucilage degradation has reached completion ; this is a state of affairs frequently encountered in practice. In six cases, both 24 and 48 hours soaking periods are compared also.

Each experiment consists of a number of different fermentation procedures carried out on one supply of pulped coffee.

It is evident that in all cases, the two-stage procedure provides coffee of a quality at least as good as its counterpart dry-fermented only but for the same total time. In the majority of cases there is a marked improvement in quality ranging from 0.3 to 3 full classes, with a mean enhancement of rather more than one class.

TABLE 4

A comparison of the qualities achieved by dry fermentation with the qualities attained by a two-stage procedure

Experiment	Classification				Improvement due to two-stage procedure (class)	
	Dry fermentation		Two-stage procedure			
	40 hrs	64 hrs	16 + 24 hrs	16 + 48 hrs	40 hrs total	64 hrs total
	A	B	C	D	A — C	B — D
1	—	5 —	—	4	—	1.3
2	4	4	4	4 +	0	0.3
3	6	5	5	5	1	0
4	5	5	4 +	4	1.3	1
5	6	7	5	5	1	2
	64 hrs	88 hrs	40 + 24 hrs	40 + 48 hrs	64 hrs total	88 hrs total
6	7	7	4	4	3	3
7	5	4	4	4	1	0
8	5	—	4	—	1	—

CONCLUSIONS

It is concluded that :

1) Mucilage can be removed from the parchment by means of sodium hydroxide without affecting the quality of the bean within in any way.

2) Coffee possesses an inherent tendency towards a poor raw appearance, a dominant feature of which is a brown centre-cut and silverskin.

3) The quality of coffee is enhanced during fermentation.

4) It is probable that the quality enhancement is the result of the diffusion of the components of the centre-cut and silverskin, in particular, which give rise to browning on exposure to air, outwards through the parchment and into the surrounding aqueous mass during fermentation.

5) Mucilage breakdown is sensitive to pH. As the pH falls from 5.9 to 4.0, so does the rate of mucilage degradation ; below 4.0, the rate is very considerably inhibited.

6) It is probable that the slowness of under-water fermentation as opposed to dry fermentation is almost entirely attributable to the lower pH values attained in the under-water state.

7) Better coffee qualities are obtainable by the use of a two-stage procedure in which the first stage is devoted to the degradation of mucilage, which may be carried out as rapidly as possible, and in which the second stage consists merely of an under-water soaking.

DISCUSSION

There is now no doubt that the field processing of East Africa arabica coffees plays an important positive role in deciding the final quality of the marketed material. Furthermore, it is possible to improve significantly upon the conventional methods of fermentation. At the same time, the chances of improving coffee quality further by extending the studies already carried out are most encouraging.

The practical advantages of exploring the various potentially useful methods of removing mucilage by machine or by chemical treatment are obvious. The use of pectic enzyme preparations is already accepted under certain conditions and further studies may bring to light a more economical method of using them with a concomitant improvement in quality. However, of perhaps greatest interest is a better understanding of the mechanism of the mucilage breakdown that occurs during « natural » fermentation leading to the possibility of so altering the process that the breakdown is greatly accelerated and better controlled. Although it is highly

probable that the degradation is at least in part the function of a protopectin degrading enzyme occurring within the coffee cherry, natural fermentation is almost always characterised by an initial period of virtually complete inactivity. Any development which could eliminate this interval would be a major advance.

During the soaking half of the two-stage procedure, it is probable that a process in which either or both the coffee and the water are in continuous motion would lead to an acceleration of the quality improvement. This stage also lends itself to the dosing of the water with, for instance, sodium sulphite or metabisulphite in order to improve the colour of the final product.

Many of the aspects of processing research mentioned above are being actively pursued in East Africa. However, a stage has been reached at which it has become vital for scientific methods to be used for the evaluation of coffee quality in conjunction with the normal subjective assessments, in order not only to trace small quality differences, but also to accurately correlate qualities assessed at different times.

It is appreciated that gas chromatographic techniques have been employed by a number of workers (12, 13) to analyse the very complex chemical mixture of the coffee aroma, but it has not yet been possible to relate the results obtained to the liquoring characteristics identified by the human palate.

The colour of ground roast coffee (14) has yielded to accurate measurement. For coffee growing countries such as East Africa, however, a satisfactory method is required for the accurate measurement of the reflected colour of raw coffee whilst still in the whole green bean state, one of the most important features of mild arabica quality. It is already known that at least two of the available tristimulus colorimeters, when used in the accepted way, are not capable of providing information more discriminating than the assessments of a coffee liquorer.

It is highly probable that an instrument designed specifically for the purpose is required.

REFERENCES

1. BECKLEY, V. A., Agric. Dept. of Kenya, Bulletin nº 8 (1930).
2. CASE, E. M., *Coffee Board of Kenya Monthly Bulletin*, April to August, November, 1935 ; January, February, 1936.
3. LLEWELYN, D. A. B., « Coffee Drying », Report to the Coffee Board of Kenya (1956).
4. McCLOY, J. F. « Coffee Drying Research, 1956-1959 », Reports C. R. 1 to C. R. 10, East African Industrial Research Organization.
5. WILBAUX, R., « Technologie du Café », Direction de l'Agriculture, des Forêts et de l'Elevage, Bruxelles (1956).
6. WOOTTON, A. E., « The Fermentation of Coffee », Report C. R. 12, E. A. Industrial Research Organization (1963).
7. CASE, E. M., *Coffee Board of Kenya Monthly Bulletin*, May 1936.
8. BULEN, W. A., VARNER, J. E. and BURRELL, R. C., *Anal. Chem.*, **24**, 187 (1952).
9. MARVEL, C. S. and RANDS, R. D., *J. A. C. S.*, **72**, 2642 (1950).
10. WOOTTON, A. E. « Investigations into the nature and cause of onion flavour taint in Kenya coffees ». Report C. R. 11, E. A. Industrial Research Organization (1960).
11. McCREADY, R. M. and McCOMB, E. A., *Anal. Chem.*, **24**, 1930 (1952).
12. BURCHFIELD, H. P. and STORRS, E. E., « Biochemical applications of gas chromatography » (Academic Press, 1962), Chapter 3.
13. GIANTURCO, M. et al., *Tetrahedron*, **19**, 2039 (1963) ; **19**, 2051 (1963) ; **20**, 1763 (1964).
14. MACKINNEY, G., and LITTLE, A. C. « Color of Foods » (AVI Pub. Co. Inc. 1962), p. 247-249.

DISCUSSION

M. WILBAUX : Je tiens d'abord à vous féliciter pour votre travail dont j'avais suivi les étapes ; il a clarifié bien des points du problème complexe qu'est la fermentation en séparant la fermentation interne de l'action externe.

Je ferais les quelques remarques suivantes : vous avez dit que la fermentation à sec donnait, pour les cafés du Kenya, de meilleurs résultats qu'une méthode de démucilagination rapide, chimique ou mécanique. Vous avez raison pour les cafés de luxe, mais pour le Robusta on obtient un café absolument neutre, plat, sans caractère, ne marquant pas un mélange, par démucilagination mécanique, lavage, séchage artificiel très rapide.

Vous avez mis en lumière que la fermentation, même à sec, avait une conséquence améliorante : c'est ce que j'ai également montré dans certains de mes travaux depuis 1937, mais ceci a été contesté par un certain nombre de personnes, encore récemment.

En ce qui concerne la mise sous eau, je suis entièrement d'accord sur l'effet de cette opération. Vous avez montré nettement les phénomènes qui se passent. Pour le Robusta, l'essai n'a encore jamais été fait dans la pratique, car dans les zones basses, la pollution des eaux est trop importante.

De même, la mise sous eau d'un Arabica qui vient d'être démucilaginé rapidement ne peut se faire que si l'on dispose d'une eau raisonnablement propre et à des températures assez basses.

Je vous citerai les cas suivants : pour un Robusta, la démucilagination complète s'était produite en moins de dix heures, et le café obtenu était très convenable ; nous avions utilisé une eau polluée qui accélérait notre démucilagination fermentaire, sans avoir le temps de pénétrer par le sillon médian et de provoquer une altération de la fève.

Dans une zone d'altitude où les Arabica étaient normalement fermentés pendant environ 50 h sous eau, de graves défauts de goût caractéristiques étaient soudainement apparus : on était en présence d'eau polluée et en 12 h tous les phénomènes étaient terminés, des fermentations nocives se développaient, le goût du café se détériorait.

En ce qui concerne l'adjonction de sulfite ou de métasulfite à l'eau de trempage du café déjà démucilaginé, ceci est un élément neuf. L'emploi de ces produits, s'il ne donne pas de mauvais goûts à la fève, a un double avantage : il est plus ou moins antibactériologique tout en étant réducteur.

— M. WOOTTON : I can add a few comments to your interesting remarks : many of them do affect Robusta and certainly in East Africa of course, Robusta is grown in quite different areas from Arabica, and where Robusta is, normally poor water flows also. We have the advantage that the Arabica are grown in areas of quite pure mountain waters. Certainly we can anticipate all sorts of bacterial effects developing when using waters in a polluted area.

We have in fact attempted these rather specific procedures on Robusta coffee in Uganda : one thing, the mucilage degradation is very much more rapid for Robusta than for Arabica, and in fact it proceeds under water quite happily and very rapidly. In one or two factories in Uganda, the two stage procedure has been used, and quite certainly the raw colour of the coffee improves ; the influence upon flavour, I am unable to comment on, but of course the flavour demand by the consumers of Robusta is quite different from those of Arabica. Also a machine cleaning is used in one or two factories in Uganda, and in both cases I believe, instead of leaving the coffee overnight in a tank with the drains open, they now leave it under water.

You also mentioned your experience on Arabica coffee fermented during fifty hours quite satisfactorily plus the development of taints and many curious things happening to the liquor. This, after fifty hours, could be either a question of the quality of the water or the microbes which were in the water. The fact that it has fermented under water is of course a little different from the remarks I made. But in Kenya it is quite well known that in the old days, 30 years ago, under water fermentation was straight forward and there was no trouble ; it finished overnight ; in 24 hours fermentation was complete ; over the years it has demanded more and more time until nowadays it is quite impossible to ferment under water.

On your comments about the use of sulfite, I agree with you entirely.

M. GREENWOOD-BARTON : Wet processed Uganda Robusta coffee was very good and commanded a considerable premium over the normal Robustas on the London market.

A question for Mr. WOOTTON : the use of a contaminated water for processing would mean that the water would be teeming with micro-organisms. Would Mr. WOOTTON agree that the action of natural pectic enzymes in the cherry would be supplemented in this case by the enzymes of microbial origin ?

— M. WOOTTON : It is a very interesting question indeed. I avoided the discussion of the mechanism of mucilage breakdown because it is not simple by any manner of means and quite certainly micro-organisms do have some part to play, perhaps not early in the process, but later.

The micro-organisms and the microflora around the cherry can accelerate the rate of this breakdown, I have never experimented with dirty water or contaminated water in this way, and I would anticipate, if anything happens, it would accelerate the rate of this breakdown. Certainly bacteria can break down mucilage just as well as the pectic enzymes present within the mucilage structure.

M. WILBAUX : En ce qui concerne la solubilisation des membranes cellulaires du mésocarpe des cafés Robusta, cela provient du fait des différences de températures entre les bas pays de production et les pays de montagne ; à cela vient s'ajouter la pollution de l'eau. D'anciennes expériences ont montré que l'adjonction de certaines cultures de bactéries lactiques avaient, en laboratoire, un effet accélérateur bien marqué.

M. CAMBRONY : Dans vos expériences de démucilagination par les alcalis avez-vous essayé la potasse (KOH) ?
— M. WOOTTON : I have not used potassium hydroxide at all. What I have done is to look for milder chemicals. We found that NaOH is the only one which works satisfactorily. I would anticipate that potassium hydroxide would be just as satisfactory if not more. But the disadvantage is handling, especially with unskilled labour.

M. KADEN : I have a special experience in preparing Liberica coffee : the problem of the mucilage is much more difficult than in Robusta and Arabica. We worked with ash and a few years ago I have made a special experience with chalk with no more success. For me the most important is to take out the mucilage. And then the most important is the

drying. If you take out the mucilage well, then parchment coffee dry better and then you have a better coffee. I don't think that any bacteria or else have some influence on coffee flavour.

There is no doubt that sun drying is the best but sometimes coffee dried in shade is better. If you make experiences on fermentation, you have to make experiences on drying.

— M. WOOTTON : Certainly I would entirely agree with Dr KADEN. The use of strong chemicals can result in very clean coffee and also clean from the micro-biological point of view. Furthermore it prepares the coffee well for drying. The comments on sun, shade and mechanical drying are quite well understood. In East Africa in fact we have the studies of LLEWELYN and Mc CLOY. But certainly it is now practice on a hot day to cover the coffee between 10 and 3 in the middle of the day and if possible to avoid mechanical drying, but, of course, estates with large amounts of coffee probably have recourse to mechanical drying but Mc CLOY has been able to lay down conditions whereby mechanical drying can be used without any loss of quality, with still a certain amount of sun.

M. LEVENSON : Some years ago we had opportunity to evaluate coffee fermented with alkali. It was less acidity which we believe reflects poor control of the commercial operation rather than anything inherent in the alkali process.

— M. WOOTTON : I can add one point to your notes, M. LEVENSON, that is that if we compare the coffee in the cup after biological treatment alone with samples which had been alkali cleaned and then soaked under water, there is not a lot of difference. The soaking itself is accountable for a slight increase in acidity and a better balance between acidity and body.

WOOTTON (A. E.). — **L'importance du traitement de la récolte pour la qualité des cafés d'Afrique Orientale.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 247-258, fig., tabl., réf.

On attache une grande importance au traitement des cafés Arabica doux d'Afrique orientale, car l'on veut maintenir et améliorer l'excellente qualité qui fait leur réputation.

La discussion se limite à la fermentation, bien que l'importance du séchage du café ne soit pas sous-estimée.

Pour obtenir une bonne qualité à la tasse, il est indispensable que le café vert ait une bonne apparence, sans traces brunâtres, ni dans le sillon central, ni dans les tissus du grain ; or la fève de café possède naturellement une tendance à prendre une mauvaise présentation, notamment par l'aspect brunâtre de son sillon central. Les procédés classiques de fermentation améliorent l'aspect du café, en raison sans doute d'une diffusion des précurseurs des substances colorantes en dehors des grains. La diffusion est favorisée par l'immersion dans l'eau, mais celle-ci gêne la décomposition du mucilage ; le taux de décomposition diminue quand le pH décroît de 6,0 à 3,5, or les valeurs de pH atteintes sont plus basses lors d'une fermentation sous l'eau qu'au cours d'une fermentation « sèche », en raison d'une plus grande formation d'acides.

Puisque les méthodes de fermentation classiques ne sont pas satisfaisantes, un procédé en deux temps est proposé. Une comparaison entre la méthode normale de fermentation « sèche » et le procédé en deux temps montre que ce dernier améliore de façon significative la qualité.

Il est maintenant évident que la démucilagination par des méthodes chimiques, par des préparations d'enzymes pectiques ou par des machines peut être effectuée sans perte de qualité.

Un besoin urgent de méthodes objectives, permettant d'évaluer la qualité, et en particulier d'un instrument susceptible de définir les caractéristiques de couleur des grains entiers de café vert, se fait sentir.

WOOTTON (A. E.). — **The importance of field processing to the quality of East African coffees.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 247-258, fig., tabl., réf.

The field processing of the mild Arabica coffees of East Africa is receiving considerable attention in order to maintain and to improve upon their reputation for high quality.

The discussion is limited to the fermentation stage of processing, although the importance of coffee drying is appreciated.

It is essential to obtain a good raw appearance in order to achieve good liquoring qualities. A good raw appearance must have no hint of brown-ness in either the bean itself or the centre-cut. The coffee bean possesses an inherent tendency towards a poor raw appearance including a markedly brown centre-cut. Normal fermentation procedures improve the raw appearance, probably as the result of a diffusion of the precursors of brown-ness out of the bean. This diffusion effect is encouraged by the under-

water state, but, under these conditions, mucilage degradation is inhibited. The rate of mucilage degradation decreases with fall of pH within the range 6.0 to 3.5 and lower pH values are attained in under-water fermentations than in « dry » fermentations owing to a greater rate of acid production.

Since conventional fermentation methods are unsatisfactory, a two stage procedure is proposed. A comparison between the normal « dry » fermentation method and the two stage procedure demonstrates a significant quality improvement resulting from the latter.

It is now clear that the removal of mucilage by chemical methods, by pectic enzyme preparations or by machines may be carried out without any loss of quality.

There is a pressing need for objective methods of quality assessment. In particular, an instrument capable of defining the colour characteristics of raw coffee in the whole bean state is required.

WOOTTON (A. E.). — **Die Bedeutung der Behandlung des Erntegutes für die Qualität des Kaffees Ostafrikas.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 247-258, fig., tabl., réf.

Der Behandlung des ostafrikanischen Arabica Kaffees wird grosse Bedeutung beigemessen, da seine hervorragende seinen Ruf rechtfertigende Quälitat erhalten und verbessert werden soll.

Die Erörterung bleibt auf die Fermentierung beschränkt, obwohl die Bedeutung der Trocknung des Kaffees nicht unterschätzt wird.

Um eine gute Tassenqualität zu erhalten, ist ein gutes Aussehen des Rohkaffees ohne bräunliche Flecken weder in der Längsfurche noch im Gewebe der Bohne unerlässlich. Nun neigt aber die Kaffeebohne dazu, sich schlecht auszunehmen, namentlich durch die bräunliche Farbe ihrer Längsfurche. Die herkömmlichen Fermentierungsverfahren verbessern das Aussehen des Kaffees vermutlich wegen der Diffusion der Vorläufer der Farbstoffe ausserhalb der Bohnen. Die Diffusion wird durch Eintauchen in Wasser gefördert, diese hindert aber die Zersetzung des Schleims ; der Zersetzungsprozentsatz nimmt ab, wenn das pH von 6,0 auf 3,5 zurückgeht ; nun sind aber die erzielten pH Werte niedriger bei einer Unterwasserfermentierung als im Verlauf einer « trockenen » Fermentierung infolge einer grösseren Säurebildung.

Da die herkömmlichen Fermentierungsmethoden nicht zufriedenstellend sind, wird ein Verfahren in zwei Etappen vorgeschlagen. Ein Vergleich zwischen der normalen « trockenen » Fermentierungsmethode und dem « Zweietappenverfahren » beweist, dass dies letztere Verfahren die Qualität bedeutend verbessert.

Es steht nun fest, dass die Entschleimung durch chemische Methoden, durch pektolytische Enzyme oder auch mechanisch ohne Qualitätseinbusse vorgenommen werden kann.

Die Notwendigkeit objektiver Methoden zur Einschätzung der Qualität und namentlich eines Instruments zur Bestimmung der Farbmerkmale der ganzen Bohnen des Rohkaffees macht sich bemerkbar.

WOOTTON (A. E.). — **La importancia del tratamiento de la cosecha para la calidad de los cafés de Africa oriental.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 247-258, fig., tabl., réf.

Se atribuye una importancia muy grande al tratamiento de los cafés Arabica suaves de Africa oriental, pues se quiere conservar y mejorar la excelente calidad a la cual deben su fama.

En el presente estudio, se examina sólo la fermentación aunque no se subestima la importancia del secado del café.

Para obtener una bebida de buena calidad es indispensable que el café verde presente un buen aspecto, sin rastros parduzcos en el surco central o en los tejidos del grano ; cabe señalar que el grano de café se caracteriza por una tendencia a tomar un mal aspecto, debido especialmente a que el surco se vuelve parduzco. Las técnicas clásicas de fermentación mejoran el aspecto del café, lo que se debe tal vez a la difusión de los precursores de las substancias colorantes fuera de los granos. La inmersion en el agua favorece la difusión pero estorba la descomposición del mucílago ; el porcentaje de descomposición disminuye cuando decrece el pH pasando de 6,0 a 3,5 ; pues bien los valores de pH alcanzados son más bajos cuando se efectua la fermentación en el agua comparados con los valores obtenidos con la fermentación « seca », debido a una mayor formación de ácidos.

Ya que los métodos clásicos de fermentación no dan resultados satisfactorios se propone una técnica en dos tiempos. Comparada con el método normal de fermentación « seca », esta técnica en dos tiempos mejora significativamente la calidad del café.

Es evidente hoy que la remoción del mucílago con los métodos químicos, con preparaciones de diastasas pécticas o con el uso de máquinas puede efectuarse sin afectar la calidad.

Se necesitan de manera urgente métodos objetivos para determinar la calidad y especialmente un instrumento capaz de definir las características de color de los granos enteros de café verde.

WOOTTON (A. E.). — **A importância do preparo sobre a qualidade dos cafés da Africa oriental.** Second Colloque International sur la Chimie des Cafés Verts, Torréfiés et leurs Dérivés, Paris, 3-7 mai 1965. I. F. C. C. (Paris), 1966, p. 247-258, fig., tabl., réf.

Dá-se uma grande importância ao preparo dos cafés Arábica suaves da Africa Oriental, por se querer manter e melhorar a excelente qualidade que fez a sua reputação.

A discussão limita-se à fermentação, embora se não menospreze a importância da secagem do café.

Para obter uma boa qualidade da bebida, é indispensável que o café cru tenha boa aparência, sem veios acastanhados, tanto no sulco central, como nos tecidos do grão. Ora, o grão de café possui uma tendência a ser mal apresentado, especialmente devida ao aspecto acastanhado do seu sulco central. Sem dúvida que os processos clássicos de fermentação melhoram o aspecto do café por arrastarem para fora do grão os percursores das substâncias corantes. Este arrastamento é favorecido pela imersão do café em água, embora esta prejudique a decomposição da mucilagem ; o teor de decomposição diminui quando o pH decresce de 6,0 para 3,5. Ora, os valores de pH são mais baixos numa fermentação húmida do que ao longo de uma fermentação seca em virtude da maior formação de ácidos.

Como os métodos de fermentação clássicos não são satisfatórios, propõe-se um processo em duas fases. A comparação entre o método normal por via « seca » e o processo em duas fases mostra que este último melhora, de maneira significativa, a qualidade do café.

A mucilagem pode, depois, ser retirada por métodos químicos, por enzimas pécticos ou por máquinas, sem perda da qualidade do produto.

Faz-se sentir a necessidade urgente de métodos objectivos que permitam avaliar a qualidade do café e, em particular, a de um instrumento susceptível de medir a cor do grão do café cru.



M. P. ABELIN, Président de l'I. F. C. C., et M. R. COSTE, Directeur Général de l'I. F. C. C., lors d'une séance du colloque

RAPPORT DE SYNTHÈSE ET RÉSOLUTIONS

Le Second Colloque International sur la Chimie des Cafés verts, Torréfiés et leurs Dérivés s'est réuni, du 3 au 7 mai 1965, dans la grande salle des conférences du Centre National de la Recherche Scientifique, 15, quai Anatole France, Paris 7e.

Il a été organisé sous les auspices de l'Institut Français du Café et du Cacao à la demande des participants du Premier Colloque, tenu en 1963, à Nogent-sur-Marne.

Il a effectivement réuni 81 participants représentant les pays suivants : Afrique orientale, Allemagne, Brésil, Colombie, Danemark, Etats-Unis, France, Italie, République Malgache, Norvège, Pays-Bas, Portugal, Royaume-Uni, Suisse, Union douanière équatoriale.

32 rapports et communications ont été présentés et discutés.

* * *

Le Colloque est ouvert le **lundi 3 mai à 10 h 30** sous la présidence de M. Georges MONNET, ancien Ministre, président d'honneur de l'I. F. C. C., qui souhaite la bienvenue aux participants, et rappelle l'objet du présent Colloque. Il souligne la part prise par l'I. F. C. C. dans sa préparation. Il remercie le Centre National de la Recherche Scientifique d'avoir accueilli le Colloque dans sa grande salle de conférences, particulièrement bien aménagée.

Le Professeur P. MONBEIG, directeur adjoint du C. N. R. S. dit tout l'intérêt que cet organisme porte aux travaux du Colloque et se réjouit de voir les études scientifiques fondamentales se développer dans un domaine où dominaient les connaissances traditionnelles.

Le Dr ILLY (Italie) rappelle l'ambiance constructive du Premier Colloque tenu en 1963 à Nogent-sur-Marne, et exprime sa satisfaction de voir l'assistance et le programme de ce Second Colloque confirmer les espérances qu'a éveillées la précédente réunion.

Le Dr RATSIMAMANGA, ambassadeur à Paris de la République Malgache et directeur de recherches au C. N. R. S., s'associe aux marques d'intérêt exprimées par les orateurs précédents, montre les liens qui unissent la recherche fondamentale et la recherche appliquée et exprime les souhaits de réussite qu'il forme pour ce Second Colloque.

Un vin d'honneur, offert par l'I. F. C. C., permet aux assistants de faire plus ample connaissance.

Les séances de travail débutent par l'exposé des travaux effectués dans le cadre des vœux et résolutions du Premier Colloque.

M. COSTE, directeur général de l'I. F. C. C., et secrétaire général des commissions créées à l'issue du Premier Colloque, rend compte de son mandat : contacts avec les bureaux des commissions, répartition d'échantillons pour une chaîne d'analyses, préparation d'un projet de statuts d'Association Scientifique Internationale du Café, organisation du Second Colloque avec une représentation internationale plus étendue.

Il souhaite la bienvenue aux nouveaux participants et constate avec satisfaction que presque tous les invités étrangers qui assistaient au Premier Colloque sont à nouveau réunis. Il présente toutefois les excuses des correspondants empêchés par cas de force majeure d'assister au Colloque, notamment ceux de l'Argentine, de la Belgique, de la Grèce, de la Hongrie, de l'Inde, de la Tchécoslovaquie.

M. NAVELLIER, conseiller scientifique de l'I. F. C. C., expose dans ses grandes lignes le programme du Second Colloque. Il souligne que les thèmes du Premier Colloque ont été maintenus et développés, mais que plusieurs spécialistes ont été invités à présenter des thèmes nouveaux destinés à étendre la notion de « chimie du café », tels que la désignation des caractères organoleptiques et les techniques d'étude de la biogenèse de la caféine. Il insiste sur la coordination des efforts et sur la nécessité de diffuser le plus largement possible les connaissances acquises.

Le Dr BAIAO ESTEVES (Portugal), président de la 1re Commission (Documentation, réglementation, normalisation) regrette que sa commission n'ait pu se réunir, et indique que l'essentiel des résultats obtenus consiste à présenter la bibliographie du café en 1963, rassemblée par Mme CIDADE. Il annonce que des exposés seront faits sur la réglementation et sur la normalisation, et se félicite de la récente création d'un organisme international pour l'étude de la normalisation du café. Dans ce domaine, les attributions de la 1re Commission seront désormais limitées à des contacts avec cet organisme (ISO/TC 34/SC 8/GT « café »).

En l'absence du Professeur TELEGDY KOVATS (Hongrie), président de la 2e Commission (méthodes d'analyses), empêché par raison de santé, et dans l'attente du Professeur THALER (Allemagne), retenu provisoirement par une autre réunion internationale, M. NAVELLIER, secrétaire de cette commission, en présente le rapport.

Les trois groupes de travail consacrés à l'étude des méthodes d'essai concernant l'eau, les cendres et la caféine ont uni leurs efforts en examinant un échantillon de café vert, réparti par les soins du laboratoire de l'I. F. C. C.

Vingt laboratoires, appartenant à huit pays, ont envoyé plus de quatre cents résultats numériques, qui seront examinés lors des rapports des groupes de travail correspondants.

Quant au rapport du 4e groupe (étude de l'arôme par chromatographie en phase gazeuse), il est inscrit au programme du Colloque.

M. WILBAUX, secrétaire de la 3e Commission, et Mlle CHASSEVENT, secrétaire de la 4e Commission, présentent, en

l'absence des présidents, de courtes notes sur l'activité de ces commissions, qui n'ont pu se réunir.

Puis le Colloque entreprend l'étude de l'inventaire des constituants des cafés et des méthodes d'essai.

Dans ce domaine, M. R. F. SMITH (Royaume-Uni) rend compte de l'important travail du groupe chargé de la détermination de la teneur en eau des cafés verts. Il insiste sur les difficultés de préparation de l'échantillon (homogénéité, broyage sans modification de la teneur en eau). Il expose les résultats favorables obtenus par la méthode de référence de Guilbot (dessiccation sous pression réduite, à 50° C, en présence d'anhydride phosphorique) et les compare avec ceux obtenus par d'autres méthodes. Il retient la méthode à l'étuve à 105° avec pré-séchage et la méthode à 130° C sur grains entiers.

MM. GLOMAUD, PERCHERON et COURTOIS (France) complètent le travail présenté au Premier Colloque sur les oligosaccharides et les polysaccharides hydrosolubles du café vert. Ils précisent notamment que le saccharose, le raffinose et le stachyose ont été rencontrés dans tous les échantillons qu'ils ont analysés.

Les exposés concernant les groupes de travail sur la détermination des cendres et de la caféine sont présentés respectivement par M. NAVELLIER et par M. WILLEMS (Pays-Bas) représentant le Dr ENGEL (Pays-Bas). Ces deux rapports montrent l'influence des divers modes opératoires sur la dispersion, parfois considérable, des résultats analytiques et insistent pour que des méthodes judicieusement précisées soient adoptées par les groupes de travail, de manière à rendre comparables les analyses effectuées par différents opérateurs.

M. WILBAUX et Mme HAHN font des observations analogues en ce qui concerne l'extrait soluble du café torréfié.

M. BAIAO ESTEVES présente un essai convaincant de détermination des fèves défectueuses par examen au microscope à rayons X.

M. SMITH montre comment la couleur du café torréfié et celle du café soluble peuvent être correctement appréciées à l'aide de l'appareil Gardner.

En ce qui concerne la réglementation, le Dr ILLY expose son point de vue sur la dépréciation de qualité des cafés scolytés, et M. WILBAUX et Mme HAHN montrent les difficultés qu'il y a à établir une corrélation rigoureuse entre les défauts d'aspect des cafés verts ou torréfiés et la qualité de la boisson.

Par ailleurs, M. DEHOVE résume la situation réglementaire actuelle du café en France, et annonce la sortie prochaine d'un nouveau décret.

M. DUVAL fait le point de la situation du café vis-à-vis de la normalisation internationale. Il précise que, dans le cadre de l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), le comité technique « Produits agricoles alimentaires » (TC 34) a constitué, le 12 novembre 1964, lors de la réunion tenue à New-Delhi (Inde), un sous-comité « stimulants » (SC 8) qui réunit actuellement 20 pays membres. Un groupe de travail « café » a été créé et son secrétariat est assuré par l'Argentine, au nom du Comité panaméricain de normalisation. Ce Comité accueillera pour étude, les méthodes d'essai proposées par la 2e Commission du présent Colloque. Un appel est lancé pour que tous les pays intéressés par la production ou la consommation du café adhèrent à ce sous-comité, ou s'y fassent représenter.

Me KIEFÉ propose, conformément à une résolution du Premier Colloque, un projet de statuts d'Association Scientifique Internationale du Café, sur lequel l'assemblée sera appelée à prendre position.

Les techniques d'étude des caractères organoleptiques du café font l'objet, en ce qui concerne les méthodes subjectives, d'un exposé magistral du Pr LE MAGNEN sur « la désignation des qualités organoleptiques du café », exposé qui renouvelle les notions de nombreux participants en cette matière. Les méthodes objectives sont amplement traitées dans une série de communications relatant des études très approfondies sur la chromatographie en phase gazeuse des constituants de l'arôme, complétées par des discussions très documentées. Leurs auteurs sont le Dr HEESTERMAN, le Dr WEURMAN (Pays-Bas), qui rapportent le travail du groupe, puis le Dr REYMOND, M. PICTET et M. EGLI (Suisse), le Pr CHOVIN, M. LEBBE et Mlle CHASSEVENT (France), le Dr GIANTURCO (Etats-Unis). L'importance des résultats acquis et des études en cours impressionnent fortement l'assistance.

Le Colloque se préoccupe de la **teneur en caféine des cafés,** considérée en tant que facteur limitant éventuel de leur consommation.

Le Pr POISSON (France) montre comment les techniques d'étude de la biogenèse des substances naturelles, qui ont déjà permis d'élucider le mécanisme de la formation compliquée de certaines bases puriques, ouvrent des voies vers l'étude de la biogenèse de la caféine dans la graine du caféier. Les domaines d'utilisation des précurseurs et des intermédiaires marqués par des éléments radioactifs sont précisés. Cet exposé fait l'objet d'un complément du Pr JANOT, président de cette séance.

M. d'ORNANO, Mlles CHASSEVENT et POUGNEAUD (France) donnent les premiers résultats d'une étude analytique de caféiers sauvages de Madagascar, pratiquement exempts de caféine, étude dont M. COSTE avait préalablement montré l'originalité et l'importance.

Les Dr NEDDE, ULRICH et CZOK (Allemagne) évoquent l'influence sur l'organisme de quelques-uns des principaux constituants du café (caféine, trigonelline, acide chlorogénique).

Le Dr VERLENGIA (Brésil) cite des expériences concernan les variations de la teneur en caféine des cafés-boissons, en fonction du mode d'obtention.

Des exposés relatifs aux **aspects chimiques de la technologie** sont communiqués par MM. LEE (Etats-Unis) (stabilisation de l'arôme du café par microencapsulage) et le Dr KADEN (Allemagne) (formation d'anti-oxygène par des torréfactions spéciales des cafés Robusta).

Enfin, le Dr WOOTTON (Afrique orientale) montre l'influence des techniques de fermentation et de démucilagination sur la qualité des cafés de l'Est africain. Il réclame un bon moyen d'appréciation de la couleur des cafés verts.

M. TRIBOULET, Ministre Délégué, Chargé de la Coopération, a honoré de sa présence une séance de travail, à laquelle il a été accueilli par M. ABELIN, ancien Ministre, président de l'I. F. C. C. Dans son allocution, le Ministre a souligné la nécessité d'accroître nos connaissances au sujet du café, et insisté sur l'utilité, l'importance du Colloque, pour coopérer au développement des pays producteurs de café.

La journée du 7 mai a été consacrée à la préparation du travail futur.

Les Commissions et Groupes de travail se sont réunis pour étudier des propositions, et l'assemblée a pris les décisions suivantes :

1° La réunion d'un Troisième Colloque, en principe en 1967, est décidée.

2° Une Association Internationale destinée à poursuivre l'action des Colloques sera fondée. Ses statuts seront ceux d'une Association étrangère conforme à la réglementation française, en raison des difficultés soulevées par la formation d'un organisme intergouvernemental.

3° Les statuts adoptés comportent notamment les dispositions ci-après :

« **Article premier :** *l'Association dite « Association Scientifique Internationale du Café » (A. S. I. C.) a pour but d'établir un inventaire des connaissances scientifiques, techniques et appliquées, et d'encourager, faire et coordonner des recherches susceptibles de contribuer à une meilleure exploitation du café et de ses dérivés et à l'amélioration de sa qualité dans l'intérêt commun des producteurs, des négociants, des industriels et des consommateurs.*

« Elle a son siège social à Paris. Il pourra être transféré ailleurs par simple décision du Conseil d'Administration.

. . . . . .

« **Article 3 :** *l'Association se compose de personnes physiques, membres titulaires ou membres bienfaiteurs. Pour être membre, il faut être présenté par deux membres de l'Association et agréé par le Conseil d'Administration. Toutefois, les participants à l'un des deux premiers Colloques sur la Chimie des Cafés verts, torréfiés et leurs dérivés sont dispensés de cette présentation. La cotisation annuelle minimale est de 70 F.*

. . . . . .

« **Article 5 :** *l'Association est administrée par un Conseil composé de 10 membres, élus pour deux ans par l'Assemblée Générale... Ce Conseil choisit parmi ses membres un bureau composé du président, des vice-présidents, des deux secrétaires et trésoriers.*

. . . . . .

4° Les Commissions créées à l'issue du Premier Colloque sont maintenues et leurs bureaux sont reconduits, sauf démission, jusqu'au prochain Colloque. Les groupes de travail constitués dans leur sein pourront faire appel à la collaboration de personnalités compétentes.

Les autres décisions prises sont les suivantes :

Première commission. — **Documentation, réglementation, normalisation :**

Président : Dr BAIAO ESTEVES (Portugal)
Vice-Président : Dr ILLY (Italie)
Secrétaire : Me KIEFÉ (France)

1° Poursuivre l'action des deux premiers Colloques dans le cadre de l'Association Scientifique Internationale du Café,

2° Créer deux Sous-Commissions spécialisées : documentation et réglementation. Se tenir en contact avec l'Organisation Internationale de Normalisation (I. S. O.) en ce qui concerne le café. Insister pour qu'une classification des cafés scolytés soit étudiée par cet organisme,

3° Déposer à la F. A. O. les statuts de l'Association,

4° Choisir une revue pour les publications de l'Association.

Deuxième commission. — **Méthodes d'analyses :**

Président : Pr TELEGDY-KOVATS (Hongrie)
Vice-Président : Pr THALER (Allemagne)
Secrétaire : M. NAVELLIER (France)

1° Poursuivre les études de méthodes au moyen de chaînes d'analyses,

2° Rédiger et mettre à l'essai les méthodes retenues par les groupes de travail :

Eau : Responsable M. SMITH (Royaume-Uni)
Cendres : — M. NAVELLIER (France)
Caféine : — Dr ENGEL (Pays-Bas)

3° Communiquer pour étude les textes de ces méthodes au groupe de travail « café » de l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO/TC 34/SC 8/GT « café ») conformément à la proposition faite lors de la création de ce groupe, à New-Delhi (Inde) le 12 novembre 1964,

4° Constituer deux nouveaux groupes de travail :

Extrait soluble : Responsable M. WILBAUX (France)
Acide chlorogénique : — Pr PARIS (France)

5° Poursuivre et développer l'activité du groupe de travail pour l'étude de l'arôme, en utilisant notamment la chromatographie en phase gazeuse (Responsable : Pr HEESTERMAN Pays-Bas).

Troisième commission. — **Chimie dans ses relations avec la technologie :**

Président : Dr KADEN (Allemagne)
Vice-Président : M. MOREAU (France)
Secrétaire : M. WILBAUX (France)

1° Constituer quatre groupes de travail :

— Préparation du café vert par voie humide : Responsable Dr WOOTTON (Afrique orientale).

— Préparation du café vert par voie sèche : Responsable Dr VERLENGIA (Brésil).

— Torréfaction : Responsable M. MOREAU (France).

— Café soluble et autres utilisations du café : Responsable Dr SYLLA (Allemagne),

2° Prévoir des contacts trimestriels et des réunions annuelles de ces groupes.

Quatrième commission. — **Caractères organoleptiques et effets physiologiques :**

Président : M. MÜLLER (Suisse)
Vice-Président : Dr METZ (France)
Secrétaire : M^lle CHASSEVENT (France)

Cette Commission ne s'est pas réunie en raison de l'absence de son président et de son vice-président, empêchés d'assister au Colloque. Le programme de travail sera établi par correspondance. Le Pr LE MAGNEN a accepté de participer aux études de ce groupe qui avait décidé, en 1963, de « codifier le langage en ce qui concerne les défauts et les qualités du café ».

R. COSTE
Secrétaire administratif de l'A. S. I. C.

P. NAVELLIER
Secrétaire scientifique de l'A. S. I. C.

Le Comité Français du Café avait très obligeamment mis à la disposition des organisateurs du colloque le café et le matériel nécessaires à la préparation des « pauses-café » très appréciées des participants.

Imprimé en France. — Imprimerie JOUVE, 12, rue de Tournon, PARIS (6e)
N° d'édition : 342. — Dépôt légal : 2e trimestre 1966