# Dosage du café dans les mélanges de café et de succédanés par la méthode de Tillmans et Hollatz

Autor(en): **Deshusses, Jean / Valencien, C.**

Objekttyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **32 (1941)**

Heft 2

PDF erstellt am: **25.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-983665

**Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.
Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.
Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

**Haftungsausschluss**

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

**http://www.e-periodica.ch**

# DOSAGE DU CAFÉ DANS LES MÉLANGES DE CAFÉ ET DE SUCCÉDANÉS PAR LA MÉTHODE DE TILLMANS ET HOLLATZ

par Dr *Jean Deshusses*,
chimiste au Laboratoire cantonal de Genève
(Chef du Laboratoire: Dr C. Valencien).

Le dosage du café dans les mélanges de café et de succédanés présente des difficultés qui proviennent du fait qu'aucun élément spécifique, à l'exception de la caféine, ne peut être dosé ni dans le café ni dans les succédanés.

La teneur des cafés en caféine est d'ailleurs trop variable pour pouvoir servir de base à un dosage dans de tels mélanges.

C'est dire que les méthodes d'analyse ne donnent guère de satisfaction. En effet, les unes ne conduisent qu'à des résultats analytiques très approximatifs, les autres, n'étant pas d'une application générale, ne s'adaptent qu'à des cas particuliers.

En Suisse, la méthode de Tillmans et Hollatz a été officiellement adoptée. La technique en est décrite dans le Manuel suisse des denrées alimentaires (4e édition française, p. 236).

Ayant eu l'occasion d'analyser divers mélanges de café et de succédanés, j'ai pu faire sur cette méthode quelques remarques qu'il m'a paru intéressant de signaler.

Tillmans et Hollatz calculent le pourcentage de café dans les mélanges de café et de succédanés à partir de deux données : l'extrait et l'indice de chloramine. L'extrait est défini par le poids de substance contenu dans 50 $cm^3$ d'une infusion après évaporation de l'infusion et dessication de l'extrait dans une étuve à $100^0$ pendant une demi-heure.

L'infusion est préparée en versant 100 $cm^3$ d'eau bouillante sur 5 g de substance. Après refroidissement, l'infusion est filtrée.

L'indice de chloramine mesure en quelque sorte l'oxydation d'une infusion de café, de succédané ou d'un mélange de café et de succédané par la chloramine. L'infusion diluée est mise en contact avec un excès d'une solution de chloramine 0,01 N. Après 10 minutes, la chloramine en excès est détruite au moyen de iodure de potassium et l'iode mis en liberté est finalement titré avec une solution de thiosulfate 0,01 N. Ces diverses opérations doivent être faites dans les conditions précisées par Tillmans et Hollatz.

Remarquons que cette oxydation ne se porte pas sur un corps de composition déterminée mais sur un ensemble de substances.

Ces données étant purement conventionnelles, il en résulte que la méthode ne doit être utilisée que pour l'analyse des produits dont on peut faire l'infusion selon les indications précises de Tillmans et Hollatz. Pour les extraits de café,

liquides et en poudre, préparés d'une tout autre façon, la méthode n'est plus valable car les résultats que l'on obtient sont entachés de grosses erreurs.

Or, une constatation s'impose. La méthode de Tillmans et Hollatz, telle qu'elle est décrite dans le Manuel suisse des denrées alimentaires, a subi deux légères modifications. La première, dans la préparation de l'infusion, la seconde, dans le dosage de l'extrait.

En effet, il est indiqué dans le Manuel de préparer non pas une infusion mais une décoction en faisant bouillir 10 g de substance dans 200 $cm^3$ d'eau pendant cinq minutes. Après refroidissement, on rétablit le poids primitif en ajoutant la quantité d'eau qui a été évaporée pendant l'opération.

Certes, Tillmans et Hollatz ont observé que la quantité de substance extractive contenue dans une infusion est sensiblement la même que celle d'une décoction. Toutefois, pour certaines spécialités commerciales, j'ai obtenu avec la méthode du Manuel un poids d'extrait légèrement supérieur à celui que m'a donné la méthode de Tillmans. Cette différence de poids a toujours été assez forte pour influencer nettement les résultats de l'analyse.

Pour le dosage de l'extrait, la méthode Pritzker et Jungkunz a été choisie. Je ne renouvellerai pas les critiques qui ont été faites à cette méthode par Balavoine.[1]) Les résultats de mes expériences me montrent que, dans la plupart des cas, le poids de l'extrait obtenu par l'une et par l'autre méthode est sensiblement le même. Dans certains cas, par contre, la différence entre les poids des extraits est si accusée que les résultats de l'analyse en sont modifiés.

En voici un exemple tiré d'une analyse d'un extrait en poudre de café et de chicorée.

| | | |
|---|---|---|
| Indice de chloramine | 2,9 | |
| Extrait (méthode Pritzker) | 0,509 | = 39 % de café |
| Extrait (méthode Tillmans) | 0,525 | = 37 % de café |

Pour me rendre compte de l'importance des modifications apportées à la méthode Tillmans, j'ai conduit l'analyse d'un mélange de café et de succédanés à base de figues et de céréales, d'une part, selon la méthode Tillmans et, d'autre part, selon la méthode du Manuel. En voici les résultats :

| | Méthode Tillmans | Méthode du Manuel |
|---|---|---|
| Indice de chloramine | 3,6 | 3,7 |
| Extrait | 0,580 | 0,605 |
| Café % | 37,4 | 36,8 |

De toutes les analyses que j'ai faites, je tire la conclusion suivante : si l'on veut conserver sans changement les équations de Tillmans et Hollatz, il faut, du même coup, respecter intégralement la méthode de ces chimistes.

J'en arrive maintenant à une seconde constatation. Le Manuel indique de calculer les grammes de café et de succédanés au moyen des équations suivantes (cas d'une infusion contenant des substances réduisant la liqueur de Fehling) :

$$G \text{ café} = 0{,}587 \cdot \text{chl} - 1{,}824 \cdot \text{ex}$$
$$G \text{ succédané} = 3{,}414 \cdot \text{ex} - 0{,}187 \cdot \text{chl}$$

Ces équations sont celles que donnent Tillmans et Hollatz à la page 515 de leur mémoire. Elles figurent également dans le Handbuch der Lebensmittelchemie (T. 6, p. 45). Ayant remarqué que la seconde équation est écrite sous une forme un peu modifiée à la page 509 du mémoire de Tillmans, je l'ai recalculée pour savoir laquelle des deux est l'équation juste.

Le résultat de mes calculs montre que le terme 0,187 est sans doute dû à une erreur typographique et qu'il doit être remplacé par 0,1817 chl. Il s'ensuit que les équations II du Manuel doivent être rectifiées ainsi :

$$G \text{ café} = 0{,}587 \cdot \text{chl} - 1{,}824 \cdot \text{ex}$$
$$G \text{ succédané} = 3{,}414 \cdot \text{ex} - 0{,}1817 \cdot \text{chl}$$

Tillmans et Hollatz ne se sont pas fait beaucoup d'illusions sur la valeur de leur méthode et la lecture de leur mémoire en apporte une preuve éloquente. En effet, dans un mélange ne renfermant pourtant point de café, ils y ont cependant dosé 18—29 % de café.

Tillmans et Hollatz proposent de faire trois essais préliminaires avant de prendre l'indice de chloramine d'une infusion.

La première consiste à déceler le café en ajoutant à l'infusion quelques gouttes de chlorure ferrique. Une teinte noirâtre est la preuve de la présence de café. Cette réaction n'est pas spécifique. J'ai observé que des extraits de chicorée donnent avec le chlorure ferrique une teinte noirâtre plus ou moins accusée. On ne peut donc adopter, sans autres précautions, une réaction qui est commune à toutes les substances tanniques. Il suffit en effet d'ajouter un peu de tanin à une infusion d'un succédané quelconque pour obtenir selon la réaction de Tillmans et Hollatz une réaction positive du café.

Je n'ai aucune remarque à faire ici sur les deux autres réactions.

*a) Analyse des mélanges de café et de succédanés*

La méthode de Tillmans n'étant pas fondée sur le dosage d'un élément spécifique du café, les résultats auxquels elle conduit sont parfois douteux et, pour ne pas s'exposer à trouver du café dans des mélanges où il est absent, il est nécessaire de faire au préalable un examen microscopique du mélange.

En dépit de ses imperfections, la méthode de Tillmans et Hollatz, faute d'une meilleure, peut être utilisée pour l'analyse des mélanges commerciaux.

Elle donne même des résultats satisfaisants ainsi qu'en témoignent les analyses suivantes :

| | % café | % café trouvé |
|---|---|---|
| 1 | 25 | 25,7 |
| 2 | 35 | 33,4 |
| 3 | 37 | 35,0 |

*b) Analyse des extraits liquides et des extraits en poudre*

L'appui d'une analyse microscopique manquant au chimiste, il ne lui reste pour se faire une idée des produits qui entrent dans la composition des extraits que les trois essais préliminaires de Tillmans et Hollatz.

Nous avons vu que la première réaction n'est pas spécifique. Que vaut la troisième ?

Voici ce que dit le Manuel au sujet de cette réaction : Portez à l'ébullition quelques $cm^3$ de l'extrait filtré étendu d'un égal volume de solution de Fehling. S'il se produit une forte réduction accompagnée d'une coloration rouge de toute la solution, on se trouve en présence de café de figues, de chicorée ou de sucre brûlé. Les cafés naturels, les cafés de malt montrent aussi parfois après refroidissement, des traces d'un précipité rouge.

Une telle conclusion est-elle correcte dans tous les cas? Je ne le crois pas. J'ai été fort étonné, en parcourant la littérature relative aux recherches des fraudes dans les extraits de café, de constater que les chimistes qui se sont intéressés à cette question sont tous partis de la même base pour fixer la composition chimique d'un extrait de café : l'infusion préparée en versant de l'eau bouillante sur du café ou la décoction apprêtée en faisant bouillir une certaine quantité de café dans de l'eau.

Il ne faut cependant pas beaucoup d'imagination pour concevoir que les procédés industriels d'extraction peuvent différer totalement des procédés en usage dans les laboratoires d'autant plus que dans les pays où il existe une législation sur les extraits de café, les textes ne se rapportent qu'au produit de départ (café pur, grillé et broyé) et non pas, j'insiste sur ce fait, à une méthode d'extraction. Il existe dans le commerce des extraits en poudre qui renferment tous une plus ou moins grande quantité de substances réduisant la solution de Fehling. Pour trois spécialités commerciales, j'ai obtenu les chiffres suivants :

| | mg $Cu_2O$ pour 1 g substance |
|---|---|
| I | 106 |
| II | 452 |
| III | 506 |

Les produits I et II sont déclarés «extraits de café pur». J'ai dosé par la méthode Tillmans et Hollatz 97,5 % dans le premier et seulement 41 % de café

dans le second. La troisième spécialité est un mélange de café et de chicorée (80+20). La méthode Tillmans ne permet d'y déceler que 39 % de café.

Je me suis donc efforcé de préparer en partant de café pur un extrait réduisant fortement la liqueur de Fehling. J'ai hydrolysé sous pression du marc de café avec de l'acide sulfurique N. Après cette opération, j'ai neutralisé la solution avec du carbonate de calcium. Après l'avoir concentrée puis fortement refroidie, j'ai finalement filtré cette solution. Elle se présente sous l'aspect d'un liquide brun clair, possédant un arrière-goût de café mais aucune saveur sucrée. L'hydrolyse des marcs de café permet d'obtenir 26—30 % de substances extractives.

La solution provenant d'une hydrolyse faite sur 10 g de marc a été diluée avec de l'eau distillée et son volume porté à 200 $cm^3$; 25 $cm^3$ de la solution diluée fournissent 442 mg d'oxydule de cuivre. J'ai finalement préparé une décoction de café en faisant bouillir pendant 5 minutes 10 g de café dans 100 $cm^3$ de la solution précédente additionnée de 100 $cm^3$ d'eau distillée. La décoction de café ainsi obtenue contient 46,4 % de substances extractives. L'analyse donne les chiffres suivants :

| | |
|---|---|
| Extrait | 1,16 |
| Indice de chloramine | 7,3 |
| Café % | 45,1 |

Ainsi, la méthode Tillmans et Hollatz appliquée à un extrait de café pur mais obtenu par un procédé spécial ne permet d'y doser que 45 % de café.

Je n'ai donné cet exemple que pour montrer combien les bases de la méthode de Tillmans et Hollatz sont fragiles.

[1]) Balavoine, Détermination de l'extrait aqueux du café et des succédanés de café. Travaux de chimie alimentaire et d'Hygiène. T. 23, p. 203 (1932).