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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 10 (1919)

Heft: 5-6

Artikel: Détermination quantitative de la caféine dans les mélanges de café et de succédanés et dans les cafés "sans caféine"

Autor: Vautier, E. / Schaffer, F.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-984198

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 12.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Détermination quantitative de la caféine dans les mélanges de café et de succédanés et dans les cafés „sans caféine".

Par E. VAUTIER.

(Travail exécuté au laboratoire de chimie du Service fédéral de l'Hygiène publique, Chef: F. Schaffer.)

Le commerce des succédanés de café, aussi bien celui des «mélanges de succédanés» lesquels contiennent une certaine proportion de café naturel, que celui des succédanés purs[1]), a pris pendant les deux dernières années de guerre une extension aussi grande qu'anormale. Non seulement on trouvait fréquemment dans le commerce des produits de qualités très inférieures, offerts au public à grand renfort de réclame, mais encore cette marchandise était-elle mise généralement en vente à des prix pour le moins égaux si ce n'est souvent même plus élevés que ceux d'un véritable café de bonne qualité moyenne.

Toutes les nouvelles marques de succédanés de denrées alimentaires ayant été heureusement soumises à un contrôle spécial ces derniers temps, nous avons eu l'occasion d'éxaminer entr'autre un certain nombre d'échantillons de succédanés de café. Parmi ceux-ci s'en trouvaient naturellement aussi qui étaient désignés comme étant des mélanges contenant une certaine proportion, toujours très faible d'ailleurs, de véritable café; en général ces produits n'étaient guère sensés en avoir plus de 15 à 25 %.

Dans de tels cas nous avons donc dû procéder à la détermination quantitative de la caféine afin de pouvoir en déduire approximativement la teneur réelle en café naturel et par là, la valeur du produit. Ayant publié nous-même il y a un certain temps une méthode de dosage de la caféine[2]), nous avons naturellement eu recours en l'occasion à notre procédé.

Les analyses de succédanés de café présentent parfois diverses difficultés, dont la première, si ce n'est la plus grave, est celle qui réside dans l'obtention d'un échantillon vraiment moyen; il n'est pas rare que l'on se trouve dans l'impossibilité de moudre très finement le produit, surtout si l'on a des racines encore humides ou peu grillées, ou des plantes riches en substances extractives (sucre par exemple) comme cela est le cas si l'on a un mélange contenant des carottes, ou enfin si le succédané contient du caramel, ce qui n'est point rare du tout. On se contentera dans de tels cas de prélever 10 g du produit aussi bien mélangé que possible; une fine pulvérisation, du reste irréalisable, n'étant nullement indispensable comme on le croit souvent. Pour les cafés «sans caféine» on prélevera 10 g de la poudre obtenue après avoir moulu 50—100 g du produit. Nous avons aussi remarqué que pour les cafés «sans caféine» comme pour les succédanés, il

[1]) L'ordonnance fédérale du 8 mai 1914, fait une distinction dans la dénomination.

[2]) Trav. de chim. alim. et d'hyg., 1918, p. 54 et suiv.

suffit d'ajouter seulement quelques gouttes d'ammoniaque[1]), que l'on verse sur la poudre placée dans le cartouche de papier-carton dans l'extracteur de Soxhlet; une plus grande quantité d'ammoniaque est non seulement parfaitement inutile mais est même directement nuisible, car on introduit ainsi une certaine quantité d'eau qui extraira également encore toutes sortes de substances étrangères lesquelles gêneront grandement dans la suite de l'analyse. On comprendra du reste aisément qu'il ne faille pas de bien grandes quantités d'ammoniaque pour décomposer la caféine combinée qu'il pourrait y avoir car celle-ci ne représenterait en tous cas qu'une faible partie de la caféine totale.

L'extraction à l'éther ne présentera donc aucune difficulté; la séparation des graisses non plus, surtout si l'on a soin de bien éliminer dès avant la distillation de l'éther, les parties solides qui auraient été entrainées; la partie la plus délicate sera la sublimation d'après *Philippe*[2]). La caféine brute contenant encore trop de substances étrangères, une partie de celles-ci ou plus exactement une partie des produits de décomposition de celles-ci (goudrons) est entrainée et le sublimat ne sera pas absolument blanc soit pur. Il y aura peut-être d'autant plus d'impuretés entraînées que l'on aura sublimé rapidement. C'est là que réside vraisemblablement la raison pour laquelle *Philippe* opérant d'après sa méthode de même qu'opérant d'après celle de *Lendrich-Nottbohm*, trouve des résultats un peu plus élevés, que ceux obtenus en opérant avec le procédé de *Keller*[3]).

Alors qu'il importe peu, lorsqu'il s'agit de l'analyse d'un café ordinaire et de qualité moyenne, d'obtenir comme résultat du dosage de la caféine, par exemple 1,25 % au lieu de seulement 1,20 %, il en sera tout autrement si l'on se trouve en présence d'un mélange de peu de café avec beaucoup de succédanés ou bien encore dans le cas d'un café «sans caféine» et que l'on ait comme résultat du dosage, par exemple, 0,25 % au lieu de 0,20 %. On obtiendra donc une faute d'autant plus grande que l'on se trouvera avoir un produit plus pauvre en caféine. Enfin, du fait que pour les succédanés et pour les cafés «sans caféine» l'on est obligé d'opérer sur 10 g au lieu de seulement 5 g pour un café normal, on aura le danger d'avoir deux fois plus d'impuretés, alors que l'on aura peut-être cinq fois moins de caféine. Nous voyons ainsi qu'un écart de seulement 0,05 g, écart qui normalement semblerait dans les limites des fautes analytiques dans de telles déterminations, pourrait représenter une augmentation atteignant facilement 50 % et plus de la teneur vraie en caféine!

On comprendra que pour le contrôle il puisse être important d'avoir des chiffres analytiques exacts jusqu'à la deuxième décimale; il ne faut pas

---

[1]) Nous avons recherché si l'ammoniaque pouvait avoir une influence défavorable sur le dosage final de l'azote; à cet effet nous l'avons remplacé par un peu de soude caustique $\frac{n}{1}$ et nous avons obtenus des résultats identiques.

[2]) Trav. de chim. alim. et d'hyg., 1916, p. 37 et suiv.

[3]) Idem, 1916, p. 40.

que le marchand de mélange de café et de succédané, alors qu'il ne mettra en vente un produit n'ayant qu'une proportion de peut-être seulement 20 % de vrai café, bénéficie dans une si large mesure de l'erreur analytique due aux impuretés de la caféine sublimée, tandis que par contre, cette même erreur serait tout au désavantage du fabricant de café «sans caféine», qui livrerait son produit sous garantie formelle. Seule une méthode suffissamment exacte pourra donner satisfaction à la justice comme on est en droit de l'attendre. Nous reconnaissons bien volontiers que le procédé de la sublimation de la caféine d'après *Philippe* est très élégant et nous nous sommes du reste laissé tenté par lui lors de nos premiers essais; mais un gros inconvénient est qu'il nécessite l'emploi d'un appareil spécial, simple en lui-même, mais ne donnant que rarement entière satisfaction, ce qui provient entr'autre de la difficulté que l'on éprouve à obtenir les parties de rechange dans la qualité désirée, rondelles de caoutchouc, capsules de verre, etc. Ces inconvénients ont déjà été relevés en partie par *E. Müller-Hössly* [1]), qui parlant de la sublimation de l'acide salicylique dans les confitures préconise un refroidissement que l'on obtiendrait par de l'air projeté au moyen de la pompe du chalumeau; nous ne croyons pas que ce procédé soit à recommander ici, car si de petites gouttelettes d'eau étaient entrainées par le courant d'air, chose qui est très possible, le verre de montre en serait infailliblement fendu et l'analyse perdue.

Nous croyons que notre méthode (avec sublimation d'après le procédé *Philippe*) telle que nous l'avons publiée dans son temps [2]) pourra encore avantageusement trouver son application toutes les fois que l'on se trouvera en présence d'un café ordinaire, tandis que dans tous les autres cas nous estimons qu'il est indispensable d'éliminer les causes d'erreur inhérentes à la sublimation, en remplaçant cette opération soit par le dosage de l'azote soit éventuellement par une épuration suffisante de la caféine, telle que l'on puisse alors peser directement l'alcaloïde [3]).

1° Par le dosage de l'azote: On procédera à cette opération dans la caféine brute telle qu'elle est obtenue après séparation des substances grasses; il ne sera pas nécessaire d'évaporer et de filtrer le liquide si celui-ci n'est que faiblement coloré et est exempt de gouttelettes huileuses qui auraient pu être entrainées lors de la filtration; au cas contraire on purifiera encore le produit par évaporation et filtration répétée comme on le fait avant la sublimation. On introduira la solution de caféine dans un petit ballon de Kjehldahl avec 10 cm^3 d'acide sulfurique concentré, 5 g de sulfate de potassium et 0,5 g de sulfate de cuivre (crist.). Après décomposition de la substance organique on recueillera l'ammoniaque distillé dans 10 cm^3 d'acide sulfurique

[1]) Trav. de chim. alim. et d'hyg., 1915, p. 252 et suiv.

[2]) Idem, 1918, p. 54.

[3]) La sublimation pourrait aussi faire partie de cette purification, c'est-à-dire que l'on pourrait procéder à cette opération avant ou après les autres manipulations que nous proposons plus loin.

$\frac{n}{10}$ (quantité suffisante pour de si petites teneurs en caféine) que l'on titrera ensuite en retour avec la soude $\frac{n}{10}$; il est de grande utilité de procéder à un essais à blanc et d'établir en outre le titre exact des solutions titrées. Comme indicateur on se servira avantageusement de la solution de rouge-congo (à froid). 1 cm³ $\frac{n}{10}$ = 0,00485 g de caféine anhydre (ou 0,00530 g du produit hydraté).

2° Purification de la caféine: Après extraction au Soxhlet, distillation de l'éther et séparation des substances huileuses par la méthode ordinaire[1]) et obtention de la caféine brute, il s'agira de purifier celle-ci de telle façon que l'on n'aie plus qu'à la peser directement. Nous n'avons pu obtenir une purification suffisante qu'en ayant recours à l'emploi d'un peu de chloroforme alors même que dans notre méthode sus-mentionnée, nous avions tenu, il est vrai, à opérer sans ce dissolvant; mais les raisons qui nous y avaient poussé, soit rareté du produit et prix très élevé n'existent plus ou du moins plus dans les mêmes proportions; il suffit du reste de très petites quantités de chloroforme.

La solution de caféine brute, c'est-à-dire le liquide que l'on a obtenu après deux évaporations et deux filtrations consécutives, est en général suffisamment claire pour que l'on ne soit pas forcé de compléter l'épuration par le même procédé; il suffit en tous cas de répéter ces opérations (évaporations et filtrations) jusqu'à ce que l'on obtienne un liquide non seulement clair mais encore relativement décoloré. Même dans les cas défavorables les substances huileuses auront été éliminées dès la deuxième filtration. Il restera encore à éliminer les impuretés retenues en solution. Celles-ci sont des substances extractives du genre de l'acide humique: il faudra alors ajouter au liquide filtré un peu de carbonate de sodium; 0,1 — 0,2 g est suffisant. On évapore alors au bain-marie et lorsque le liquide commencera à s'épaissir, il sera bon de remuer soigneusement et fréquemment avec une baguette de verre et ceci jusqu'à ce que le liquide soit entièrement évaporé et le résidu absolument sec. Par addition de carbonate de sodium le liquide s'est sensiblement coloré en brun et les sels de sodium (?) ainsi obtenu sont insolubles dans le chloroforme alors que leurs composants y eussent passés en partie. On extrait alors ce résidu finement pulvérisé dans la capsule, avec un peu de chloroforme pur et surtout complètement exempt d'eau. Cette opération sera répétée 5 à 6 fois en employant 3 à 5 cm³ du dissolvant chaque fois. Cette solution sera filtrée par un petit filtre à plis sec et recueillie dans une petite capsule de verre tarée; après évaporation du chloroforme et séchage à l'étuve à 100° on pèse le produit cristallisé. Si l'on veut plutôt régénérer les quelques cm³ de chloroforme utilisés il suffit d'opérer la filtration dans un petit ballon d'Erlenmeyer taré et contenant

[1]) Trav. de chim. alim. et d'hyg., 1918, p. 55.

[2]) Ou de tout autre dissolvant jouissant de propriétés identiques, soit de pouvoir se charger d'une très grande quantité de caféine tout en ne dissolvant pas les substances qui l'accompagnent dans ce cas.

un ou deux fragments d'assiette poreuse pour régulariser l'ébullition; après la distillation il sera prudent au cas où l'on se serait servi d'un Erlenmeyer, d'insuffler un peu d'air pour chasser les dernières traces du dissolvant. La caféine purifiée serait-elle, pour une raison ou une autre, encore un peu colorée et voudrait-on contrôler le résultat, il serait bien simple de procéder au dosage de l'azote dans le produit cristallisé ou de le soumettre éventuellement cette fois à la sublimation; une telle mesure de prudence ne sera cependant que bien rarement nécessaire.

Comme nous l'avons déjà fait remarquer plus haut, on obtient des résultats certainement trop élevés lorsque l'on opère sur des cafés « sans caféine » soit d'après la méthode de *Philippe* soit d'après la notre avec sublimation, car la cause de cette erreur réside dans la sublimation. Ainsi pour un café « Hag » dans lequel nous avions trouvé une moyenne de 0,13 % de caféine d'après les méthodes ayant la sublimation, nous ne trouvons plus que seulement 0,05 % en moyenne, soit 0,04 % en pesant la caféine purifiée et 0,05 et 0,06 % par le dosage de l'azote. Dans un nouvel échantillon de café « Hag » nous trouvons par pesée de la caféine 0,04 % et par dosage de l'azote 0,04 et 0,05 %. Le café « Aza » que nous avions analysé d'après diverses méthodes et pour lequel en sublimant nous avions trouvé une teneur en caféine de 1,10 % ne nous a plus donné que 1,02 % par le dosage de l'azote. Un café ordinaire qui par sublimation aurait contenu 1,2 % de caféine n'en accuse plus que 1,14 par pesée directe. Dans deux mélanges de succédanés et de café nous obtenons: dans le premier cas produit « Rr. » 0,21 % par sublimation, ce qui ferait penser que ce produit contient 20 % environ de café (en admettant que ce café aie une teneur de 1 % en caféine ce que l'on peut considérer déjà comme un minimum) tandis que par le dosage de l'azote nous obtenons seulement 0,11 % et par pesée 0,14 % en moyenne, ce qui dans ce cas ne représenterait plus guère qu'un mélange contenant environ 12 % de café.

Dans le deuxième succédané mélangé, « Ro. » nous trouvons 0,29 % par sublimation: 0,22 % par le dosage de l'azote et 0,20 par pesée de la caféine purifiée.

Nous résumerons en disant que nous croyons qu'il est préférable de procéder au dosage de l'azote (ou d'opérer par purification) toutes les fois que l'on se trouve en présence d'un produit n'ayant qu'une très faible teneur en caféine, tels les cafés « sans caféine » ou les mélanges de succédanés et de café, tandis que la sublimation pourra continuer à être utilisée sans inconvéniant dans tous les autres cas.