

De la nature du sucre contenu dans le café vert et de son dosage

Autor(en): **Terrier, J.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **43 (1952)**

Heft 4

PDF erstellt am: **13.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982651>

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.

Literatur

- 1) M. A. Amerine und M. A. Joslyn, Univ. Calif. Agr. Expt. Sta. Bull. Nr. 639 (1940).
- 2) L. Anyas-Weisz, J. Solms und H. Deuel, diese Mitt. **42**, 91 (1951).
- 3) J. Besone und W. U. Cruess, Fruit Prod. J. **20**, 365 (1941).
- 4) Th. v. Fellenberg, diese Mitt. **5**, 172 (1914); Bioch. Z. **85**, 45 (1918).
- 5) P. Françot und P. Geoffrey, Bull. Intern. Vin Nr. **242**, 94 (1951).
- 6) E. F. Hopkins und J. H. Gourley, Proc. Am. Soc. Hort. Sci. **27**, 164 (1930).
- 7) C. P. Lathrop und W. Walde, Fruit Prod. J. **7**, 26 (1928).
- 8) G. Marsh und G. A. Pitman, Fruit Prod. J. **9**, 187 (1930).
- 9) A. Mehlitz, C. **1932**, II, 1385.
- 10) A. Mehlitz, C. **1933**, I, 3640.
- 11) A. Müntz und E. Lainé, Mon. scient. (4), **20**, 221 (1906).
- 12) E. Nègre, J. P. Affre und M. Marichal, Bull. Intern. Vin Nr. **195**, 30 (1947).
- 13) E. Peynaud, Ind. agr. alim. **68**, 609 (1951).
- 14) E. Peynaud, Ann. Fals. Fraud. **45**, 11 (1952).
- 15) L. Sémichon, Chim. et Industr. **17**, 25 (1927).
- 16) L. Sémichon und M. Flanzy, C. r. Ac. Sci. **183**, 394 (1926).
- 17) L. Sémichon und M. Flanzy, C. **1927**, II, 2018.
- 18) Speas Comp. Handbook on the Uses of Nutrl-Jel, Kansas, Miss. USA, S. 13.
- 19) G. Uegezzi, P. Haller und O. Wanger, diese Mitt. **42**, 1 (1951).

De la nature du sucre contenu dans le café vert et de son dosage

Par J. Terrier

(Laboratoire cantonal, Genève)

Bien que sa saveur ne soit nullement perceptible, le café vert contient du sucre.

Les premiers auteurs qui mentionnent l'existence de sucre dans le grain de café vert sont *Graham, Stenhouse* et *Campbell*¹⁾. Cette constatation fut confirmée par la suite par *Ewell*²⁾ et par *Schulze*³⁾. Selon les expérimentateurs ci-dessus, ce sucre est du saccharose.

*Bell*⁴⁾ dit avoir trouvé dans le café un sucre particulier, voisin du saccharose, mais qui, en solution, ne serait pas hydrolysé à l'ébullition par l'acide acétique; l'acide chlorhydrique par contre, le transformerait entièrement en glucose. *Levisie*⁵⁾ déjà, puis par la suite *Herfeldt* et *Stutzer*⁶⁾ affirmèrent que les grains de café ne contiennent aucun sucre à l'état libre.

*Graf*⁷⁾ a repris le problème et il constate que non seulement la solution aqueuse de café vert, après défécation et hydrolyse, réduit la liqueur de *Fehling*, mais il réussit à obtenir, à la suite d'une série d'opérations qu'il décrit, le saccharose lui-même, dont il confirme la nature par l'analyse élémentaire, la détermination du point de fusion ainsi que celle de son osazone.

La présence de saccharose fut encore confirmée par la suite par *Kopp* ⁸⁾, de même que par *Täufel, Thaler* et *Kopp* ⁹⁾ qui, par l'intermédiaire du dérivé acétylé qu'ils ont ensuite saponifié, ont obtenu le saccharose à l'état cristallisé.

Indépendamment de cette controverse au sujet du saccharose, un autre glucide, la dextrine a donné lieu à des déclarations contradictoires. Sans entrer dans davantage de détails à ce sujet, je signale simplement que l'ouvrage de *König-Bömer* ¹⁰⁾ donne une teneur moyenne en dextrine de 1 %.

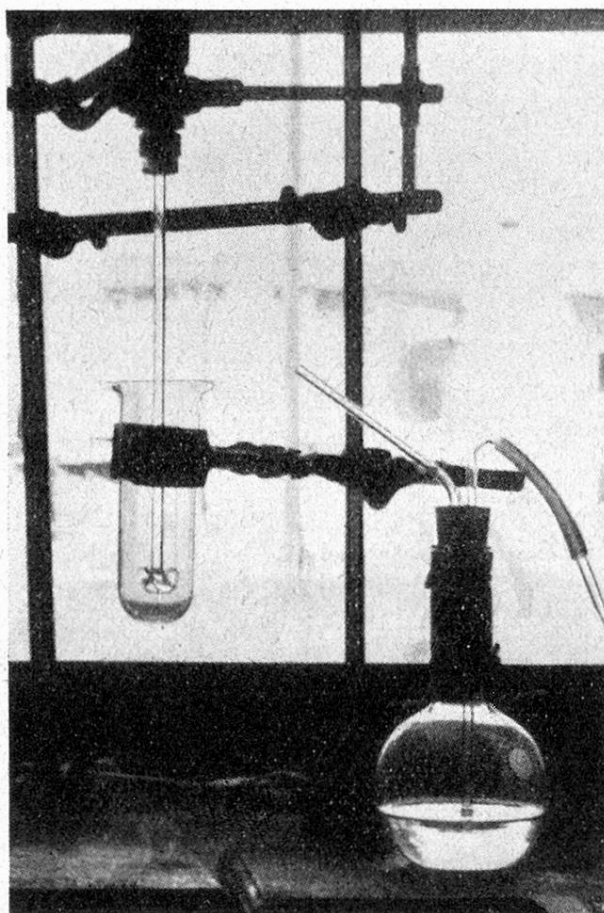
On verra dans la suite de ce texte que je n'ai pas retrouvé de dextrine dans aucun des cafés verts que j'ai examinés.

La présence de saccharose étant donc certaine, j'ai pensé qu'il serait d'un certain intérêt d'étudier une méthode de dosage de celui-ci et tout d'abord de pouvoir l'extraire avec le moins possible de corps étrangers.

C'est dans cette intention que j'ai étudié, pour commencer, la solubilité des sucres dans l'alcool méthylique d'une part et dans l'alcool éthylique d'autre part.

Voici les résultats de cette étude:

Les divers sucres usuels (glucose, lévulose, saccharose, maltose) sont assez solubles dans l'alcool méthylique, pour permettre leur extraction pour des buts analytiques. Pour que cette dissolution soit effective il faut maintenir le sucre à dissoudre et le dissolvant en constante agitation. On peut à cet effet, disposer la substance, réduite en poudre aussi fine que possible, dans une éprouvette en



verre épais, pour supporter la centrifugation, pourvue en outre d'un bec pour faciliter la décantation et enfin assez large pour qu'un agitateur en forme d'hélice puisse y tourner (assez rapidement pour assurer une bonne agitation et pas trop vite pour éviter les projections). Voici, par exemple, les dimensions de l'éprouvette que j'ai utilisée: diamètre intérieur 3,5 cm, longueur 11 cm, ce qui correspond à une contenance d'environ 100 cm³ (voir figure).

Indépendamment du fait que l'alcool méthylique est pratiquement anhydre (99,5 %), il possède indéniablement un meilleur pouvoir de dissolution que son homologue l'alcool éthylique (alcool à 95 %), ainsi qu'en fait foi le tableau ci-dessous qui donne en g les quantités dissoutes par 50 cm³, après un temps d'agitation de 1 h. et à la température ordinaire.

	Glucose	Saccharose	Maltose	Lactose
CH ₃ OH	0,38	0,23	1,89	0,08
C ₂ H ₅ OH	0,15	0,08	0,05	0,001

On remarque, de plus, combien la solubilité varie d'un sucre à l'autre, mais le fait le plus frappant est la grande différence entre la solubilité du maltose dans l'un et l'autre alcool d'une part et la presque insolubilité du lactose dans l'alcool éthylique.

Les valeurs ci-dessus sont la moyenne de plusieurs essais et j'ai constaté qu'il se dissout d'autant plus de sucre que celui-ci est en plus grand excès.

Pour en revenir au café, l'avantage d'une extraction par l'alcool, c'est d'éliminer d'emblée un certain nombre de substances indésirables: gommages, mucilages, matières azotées, etc.

Pour ne pas allonger inutilement ce mémoire, je passe sur les nombreux essais préliminaires entrepris pour la mise au point du mode opératoire. Au cours de ceux-ci, j'ai dû me rendre à l'évidence que dans certains cafés le saccharose n'est pas extrait entièrement par l'alcool méthylique; il faut alors admettre que le sucre est probablement lié sous forme d'un complexe, comme cela a été démontré par *Antener* et *Högl*¹¹⁾ dans le cas des germes de blé.

L'alcool éthylique à 60 % en revanche, a extrait intégralement le saccharose du moins dans les sortes de café que j'avais à ma disposition pour ces essais.

Comme on le lira dans les deux mémoires qui suivent l'alcool méthylique convient par contre parfaitement bien pour l'extraction des sucres dans le cas du glucose industriel et dans celui des extraits de café en poudre additionnés d'hydrates de carbone.

Mode opératoire

Afin de faciliter la mouture du grain de café, il est avantageux qu'il soit bien débarrassé de son humidité en le desséchant 1 h. dans l'étuve à 102—103 °, sinon les grains se comportent dans le moulin comme des balles élastiques. La

mouture peut se faire tout d'abord dans un premier moulin à disques qui réduit le grain en morceaux plus ou moins grossiers; on obtient finalement une farine par passage de ceux-ci dans un deuxième moulin à cône.

5 g de mouture fine sont introduits dans une éprouvette de verre, comme celle décrite ci-dessus et on procède tout d'abord à 3 extractions successives avec 40 à 50 cm³ d'éther pour séparer l'huile de café. Pour chaque extraction, on procède comme suit: la substance et l'éther sont agités à l'aide du dispositif décrit aussi ci-dessus pendant 30 à 45 minutes, puis on abaisse suffisamment l'éprouvette pour pouvoir rincer l'agitateur avec quelques cm³ d'éther, de telle sorte que celui-ci s'écoule sans perte dans celle-ci (ce lavage qui n'est ici nullement indispensable sera par contre nécessaire lorsque la substance sera extraite avec l'alcool à 60 %). La solution étherée est ensuite séparée et décantée, après que l'éprouvette a été soumise à une centrifugation rapide (4000 tours minute). On répète encore deux fois l'extraction à l'éther dans les mêmes conditions. Après la troisième décantation, l'éprouvette est placée sur une étuve chauffée électriquement afin de débarrasser la substance des restes d'éther. On peut hâter cette élimination en remuant la masse à 2 ou 3 reprises avec une baguette de verre qu'on laisse dans l'éprouvette et qui sera finalement débarrassée des restes de substance à l'aide d'un petit pinceau.

On verse alors 50 cm³ d'alcool à 60 % dans l'éprouvette et, dans les mêmes conditions que ci-dessus, c'est à dire en répétant encore 2 fois les mêmes opérations, on opère l'agitation, le lavage de l'agitateur, la centrifugation et la décantation de chaque extrait alcoolique qui est évaporé successivement avec précaution sur un bain-marie, dans une capsule de porcelaine.

Le résidu total de l'évaporation des 3 extraits alcooliques est ensuite repris par l'eau chaude et transvasé quantitativement dans un ballon jaugé de 100 cm³. Après refroidissement à la température ordinaire, on complète avec de l'eau jusqu'à 90 cm³ environ et on procède à la défécation.

On a alors le choix entre 2 défécants:

- a) la liqueur de *Carrez*;
- b) la liqueur de *Carrez* et l'acétate basique de plomb employés simultanément.

Le choix de cette défécation mixte résulte d'expériences faites sur les extraits de café en poudre additionnés d'hydrates de carbone, ainsi qu'on le lira dans un des mémoires, auxquels il a été déjà fait allusion, où l'emploi des deux défécants s'est montré le plus apte pour le dosage des hydrates de carbone ajoutés.

En utilisant comme défécant la liqueur de *Carrez* seule, l'acide chlorogénique n'est pas précipité; cette présence ne semble pas exercer d'influence notable sur le résultat du dosage du saccharose, bien que dans son ouvrage *Rosenthaler*¹²⁾ indique que l'acide chlorogénique possède un faible pouvoir réducteur vis-à-vis de la liqueur de *Fehling*.

Dans un essai parallèle comparatif (voir tableau à la suite) la teneur en saccharose obtenue avec l'emploi de liqueur de *Carrez* seule a donné une teneur en saccharose dépassant celle obtenue avec l'emploi simultané des deux défécants de 0,3 % seulement. Et il n'est même pas certain que ce chiffre légèrement supérieur soit dû à une faible réduction de la liqueur de *Fehling* par l'acide chlorogénique, mais à la présence d'autres substances telles que les gommes et les mucilages partiellement solubles dans l'alcool à 60 % et non précipités par la liqueur de *Carrez*.

Ce qui m'a finalement décidé à choisir la défécation mixte c'est le fait que la filtration du Cu_2O obtenu après interversion du saccharose a toujours été très aisée dans ce cas, alors que j'ai éprouvé parfois de la difficulté quand la défécation était faite avec la liqueur de *Carrez* seule.

Une objection qui vient aussitôt à l'esprit est que le précipité abondant formé risque de retenir par adsorption une certaine proportion de sucre. Pour élucider ce point, j'ai ajouté en supplément dans un essai g 0,075 de saccharose. Après soustraction du saccharose original, j'ai retrouvé 95 % du saccharose ajouté.

Cette défécation mixte est faite comme suit: dans le ballon dont le contenu a été amené à 90 cm^3 , on ajoute 1 cm^3 d'une solution de ferrocyanure de potassium à 15 %, on mélange, on ajoute 1 cm^3 d'une solution d'acétate de zinc à 23 %, on agite vivement, puis lorsque le précipité s'est bien rassemblé, on introduit 5 cm^3 de la solution d'acétate basique de plomb habituelle, on agite de nouveau et on complète au trait. Pour faire tomber la mousse qui gêne, il suffit d'ajouter une seule goutte d'éther. Cette quantité d'acétate de plomb est amplement suffisante. Il est bon cependant de s'assurer que la défécation est bien complète en ajoutant 1 à 2 gouttes d'acétate de plomb, à quelques cm^3 de filtrat, qui ne doivent pas produire de précipité immédiat. Si c'était le cas, une quantité plus grande d'acétate de plomb, qui serait à déterminer, devrait être employée. On laisse reposer 15 minutes. Pour la suite, la façon la plus simple d'opérer, c'est de centrifuger le tout dans une ou au besoin, deux éprouvettes à centrifuger. Au liquide clair décanté on additionne g 0,8 de Na_2HPO_4 pour précipiter l'excès d'acétate de plomb et on agite de nouveau énergiquement, à la fois pour assurer une bonne dissolution du phosphate bisodique et une bonne floculation du phosphate plombique. On centrifuge de nouveau. On obtient ainsi un liquide parfaitement limpide et légèrement coloré en jaune. S'il contient encore quelques petits flocons en suspension, il suffit de le filtrer sur un petit tampon de coton hydrophile disposé dans le fond d'un entonnoir.

On procède finalement à l'interversion du saccharose. J'ai adopté pour celle-ci le procédé de *Clerget*¹³⁾. 40 cm^3 de la solution sont introduits dans un ballon jaugé de 50 cm^3 , on additionne 2,5 cm^3 d'acide chlorhydrique concentré ($d = 1,19$), et on mélange. Le ballon, muni d'un thermomètre, est plongé dans un bain-marie dont la température est réglée à 70°. Dès que le thermomètre du ballon a atteint 67—68°, on compte 5 minutes. Le ballon est ensuite refroidi

aussitôt, on ajoute 1 goutte de méthylorange, on neutralise exactement avec une solution de NaOH à 400 g par litre (il en faut environ 3 cm³) et on complète au trait. Le dosage est fait soit par la méthode de *Fehling* avec 45 cm³ de la solution au préalable bien mélangée (50 cm³ *Fehling* + 5 cm³ d'eau + (25 + 20), soit par la méthode de *Hadorn - von Fellenberg*¹⁴) avec 20 ou 25 cm³.

Pour le calcul, il est nécessaire de tenir compte du volume occupé par le précipité résultant des diverses opérations de défécation. Celui-ci a été déterminé expérimentalement en mesurant d'une part le volume des filtrats et en dosant d'autre part, par simple dessiccation, le liquide restant dans les précipités. J'ai ainsi déterminé que ce volume représente 1,5 cm³, c'est à dire que le saccharose obtenu dans le dosage doit être rapporté à 98,5.

Exemple de calcul

Cu₂ O obtenu dans le dosage: g 0,2726

Correspondent à saccharose: g 0,1236

$$\frac{0,1236 \times 50 \times 98,5 \times 100}{45 \times 40 \times 5} = 6,8 \text{ ‰}$$

Voici les résultats de dosage du saccharose obtenus dans des cafés de diverses sortes:

Sortes de café	Méthode de <i>Fehling</i>		Méthode de <i>Hadorn / von Fellenberg</i>	
	défécant: liqueur de <i>Carrez</i>	défécant: liqueur de <i>Carrez</i> et acétate de plomb	défécant: liqueur de <i>Carrez</i>	défécant: liqueur de <i>Carrez</i> et acétate de plomb
	‰	‰	‰	‰
Santos I	—	6,4	—	—
Santos II	2,15	1,9	2,3	2,0
Moka-Harrar	—	7,5	—	—
Angola	—	3,2	—	—
Café vert sans désignation	—	2,7	—	—

Remarque

Les essais de défécation avec la liqueur de *Carrez*, toutes choses étant égales par ailleurs, ont été faits avec 2 cm³ de chacune des deux solutions de ferrocyanure de potassium et d'acétate de zinc.

Présence d'autres glucides

a) Sucres réducteurs

Si l'on effectue un traitement avec la liqueur de *Fehling* avant de procéder à l'interversion du saccharose, on obtient un léger précipité d'oxydure de cuivre, ce qui pourrait faire croire qu'il existe, à côté du saccharose, un sucre réducteur: du glucose ou du maltose par exemple.

Il est possible de rechercher la présence du glucose par la réaction de *Barfoed* en procédant de la façon suivante: à 2 cm³ de solution déféquée placés dans une éprouvette, on additionne 2 cm³ de réactif de *Barfoed*, on agite fortement, puis lorsque le précipité est bien rassemblé, on filtre. Si le filtrat n'est pas clair, on le repasse sur le filtre jusqu'à ce qu'il coule limpide. On ajoute à 2 cm³ du filtrat de nouveau 2 cm³ de réactif de *Barfoed* (éprouvette) et on chauffe 2 minutes dans un bain-marie bouillant. Un précipité de Cu₂O indique la présence de glucose.

Le réactif de *Barfoed* est obtenu en dissolvant à froid g 6,5 d'acétate neutre de cuivre cristallisé dans 100 cm³ d'acide acétique à 1 %.

Or, je n'ai pas obtenu de précipité dans aucun des cafés examinés.

Le précipité obtenu devrait donc être attribué à du maltose. Mais un essai effectué, *en lieu et place de la liqueur de Fehling avec la solution de Luff-Schoorl*¹⁵⁾ n'ayant donné lieu à aucun précipité, il ne peut pas davantage s'agir de maltose.

Etant donné la très petite quantité de Cu₂O obtenue dans le traitement par la liqueur de *Fehling* avant l'interversion du saccharose, il eût fallu disposer d'une grande quantité de café pour une recherche plus approfondie, ce qui n'était pas le cas. Je pense, cependant, qu'on peut conclure à l'absence d'un sucre réducteur et attribuer la petite quantité de Cu₂O obtenue à la présence d'une autre substance réductrice ou même simplement, tout au moins en partie, à celle du saccharose, selon une constatation que je n'ai pas faite moi-même, mais qui m'a été signalé par le Dr *von Fellenberg*.

b) Dextrine

Comme on l'a lu au début de ce mémoire, l'ouvrage de *König* indique une teneur moyenne de 1,1 % de dextrine dans le café vert.

J'ai recherché la présence de dextrine comme suit: le café vert réduit en poudre a été extrait par de l'eau, après un traitement préalable à l'éther, comme précédemment et en procédant de la même façon. La solution, déféquée de même avec la solution de *Carrez* et l'acétate basique de plomb, a été additionnée de quelques gouttes de solution O, I N d'iode. Aucune coloration brune n'a été observée. Une coloration brune très nette par contre, a été obtenue en ajoutant au café original de la dextrine *Merck* dans une proportion représentant 0,8 %, soit une teneur inférieure à la moyenne, indiquée par *König*. J'avais tout d'abord

contrôlé qu'en ajoutant de la dextrine *Merck* à du café vert, on en retrouve environ 70 % après une défécation exécutée comme dans la méthode ci-dessus.

On peut donc conclure aussi à l'absence de dextrine.

Résumé

Le seul glucide dont on peut affirmer la présence dans le café vert est une ose: le saccharose, où il existe vraisemblablement comme substance de réserve.

Une méthode de dosage est décrite basée sur son extraction par l'alcool à 60 %.

On donne de plus des chiffres sur la solubilité de quelques sucres dans l'alcool méthylique et l'alcool éthylique à 95 %, solubilité obtenue avec le concours d'une agitation convenable et très suffisante pour permettre une extraction quantitative pour des buts analytiques.

Il est fait, en outre, diverses observations et constatations sur la défécation obtenue avec la liqueur de *Carrez* d'une part et avec l'emploi simultané de liqueur de *Carrez* et d'acetate basique de plomb d'autre part.

Zusammenfassung

Das einzige Kohlenhydrat, welches mit Sicherheit in grünem Kaffee nachgewiesen werden kann, ist Saccharose; sie dient vermutlich als Reservesubstanz.

Es wird eine Bestimmungsmethode beschrieben, welche auf der Extraktion der Saccharose mit 60 %igem Alkohol beruht.

Ausserdem werden einige Zahlenangaben über die Löslichkeit verschiedener Zuckerarten in Methylalkohol und in 95 %igem Äthylalkohol gemacht; diese wurden mit Hilfe eines passenden und wirksamen Rührsystems ermittelt, welches eine quantitative Extraktion, die auch analytischen Zwecken dienen kann, gestattet.

Im übrigen werden verschiedene Bemerkungen und Feststellungen gemacht in bezug auf die Reinigung solcher Lösungen, einerseits mit *Carrez*-Lösung allein und andererseits mit gleichzeitiger Verwendung von *Carrez*-Lösung und basischem Bleiacetat.

Littérature

- 1) Gnelin's Handbuch 7, 676.
- 2) Amerik. Chem. journal 373, 1892.
- 3) Chem. Zeit. 1263, 1893.
- 4) Mirus, Analyse u. Verfälsch. d. Nahrungsm. 47, vol. I.
- 5) Arch. der Pharm. 294, 1876.
- 6) Zeitschr. für angew. Chemie 470, 1895.
- 7) Zeitschr. für angew. Chemie 1077, 1901.
- 8) Thèse Munich, 1936.
- 9) Z.U.L. 390, 71, 1936.
- 10) Nahrungsmittelchemie 989, vol. I, 4ème édit. (1903).
- 11) M.L.H., 38, 226, 1947.
- 12) Nachweis org. Verbindungen, 384, 2ème édit. (1923).
- 13) M.L.H., 41, 116, 1950.
- 14) M.L.H., 36, 365, 1945.
- 15) Z.U.L., 57, 570, 1929.