

On the analysis of oil in green coffee beans

Autor(en): **Folstar, P. / Pilnik, W. / Heus, J.G. de**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **66 (1975)**

Heft 4

PDF erstellt am: **14.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982688>

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.

On the Analysis of Oil in Green Coffee Beans

P. Folstar, W. Pilnik, J. G. de Heus and H. C. van der Plas

Agricultural University, Wageningen and D. E. J. International Research Company, B. V.,
Utrecht

Introduction

The determination of the amount of oil, present in green beans is usually performed by treatment of finely ground material (particle size $< 0,63$ mm) with 4N HCl, followed by an extraction with petroleum ether (b. p. $< 60^{\circ}\text{C}$) (1). However this procedure is not suitable for obtaining an oil suitable for the study of its chemical composition (2, p. 425).

For that purpose the common practice is direct solvent extraction of the grind, sometimes preceded by drying for 2 hours at 100°C . The yield of the extraction depends strongly on the size of the particles (3). In the literature data (percentage unsaponifiable matter, iodine-, acid- and saponification-value, percentage fatty acids) have been reported for coffee oil which only accounts for 50—75% of the oil in the beans (4).

The question therefore arises whether these data are really representative for the composition of the original coffee oil.

This communication describes:

- a) the influence of the particle sizes of the grind on the yield of extraction;
- b) the relationship between yield of extraction, the fatty acid composition and the amount of unsaponifiable material.

Materials and methods

Green coffee beans (Colombian C. Arabica) were coarsely ground with an «Olland» disc crusher.

A part of the ground material was ground more finely, using a «Retsch» ultra centrifugal mill, equipped with a 0,50 mm sieve.

Sieve analysis was performed with a «Haver and Boecker» laboratory sieve device EML with control sieves «Metaalgaas Twente» standard N 480 screen openings ranging from 0,15 to 1,70 mm.

Moisture content of grinds was determined as loss of volatile material upon drying to constant weight (2 to 3 hours) at 105°C .

The percentage oil was determined by petroleum ether (b. p. 40—60°C) extraction of acid-treated material after Schweiz. Lebensmittelbuch, method 35 A/08 (1) and is calculated on the dry weight.

The direct oil extraction was performed as follows: 15 g of material was extracted with petroleum ether (b. p. 40—60°C) in a Soxhlet, siphoning 6—7 times/hour, using Schleicher and Schüll extraction thimbles 28×80 mm No. 603. The solution was kept overnight in the refrigerator whereupon crystallized caffeine was filtered off by suction (0,2 μ membranefilter no. 11407, Sartorius GmbH, Göttingen). After rinsing the filter twice with cold petroleum ether, the filtrate was diluted to 250 ml with the solvent.

From 50 ml of this solution the solvent was evaporated and the residue was dried to constant weight (2—3 hours at 105°C). The remaining 200 ml was evaporated separately and the residue used for the assay of the percentage unsaponifiable matter, determined according to A. O. A. C. method 26.071 (5).

These determinations were performed in quadruplicate. Preparation of the methylesters for determination of the total fatty acid composition was performed after NEN standard method 3428 (6). Gaschromatographic analysis was carried out with a Hewlett Packard Research Chromatograph 5750 G and Infotronics integrator CRS 208. Conditions: 2 m ¹/₄" stainless steel column with 10% Silar-5CP (Applied Science phase ref. 89) on Gas Chrom Q 100—120 mesh. Temperature program: 175°C—225°C with 1°C/min.

Results and discussion

In table 1 it is shown that in case of coarsely ground beans the extraction of the oil is incomplete. Even after prolonged extraction time no significant improvement of the yield of extraction is observed. The data for the fine grind (< 0,50 mm) on the other hand indicate a complete extraction. It should be noted that in the case of direct solvent extraction of fine grinds substantial amounts of caffeine had to be removed from the oil. Thin layer chromatography of the residue on the membrane filter used showed that no other components were present. In spite of these precautions the oil was seen to contain still traces of caffeine which cause a slight inaccuracy in the yield calculation.

Table 1

Percentage oil after different grinding methods in relation to the extraction time

Grind	% Moisture	% Oil (direct extraction)			% Oil (Schweiz. LMB)
		6	16	24 hours	
Coarse «Olland»	8,44	8,33	10,64	10,65	—
Fine «Retsch»	5,58	15,62	15,50	15,52	15,53

The question arises, whether the oils from completely as well as from incompletely extracted ground beans show any significant difference in chemical composition. This has been investigated for both the percentage unsaponifiable matter and the fatty acid composition (table 2).

Table 2

Percentage unsaponifiable substances and the fatty acid composition of coffee oil after different grinding methods and 6 hours direct extraction with petroleum ether (b. p. 40—60°C)

Grind	Fine «Retsch»	Coarse «Olland»	Coarse, sieve fraction < 0,6 mm
% Oil	15,62	8,33	—
% Unsaponifiables (in the oil)	9,00	9,81	—
Fatty acids: (total 100%)			
C ₁₆	31,06	35,55	33,68
C ₁₈	9,56	7,45	8,43
C _{18:1}	9,57	7,57	8,34
C _{18:2}	43,12	45,05	44,45
C _{18:3}	1,77	0,93	1,06
C ₂₀	4,07	2,70	3,05
C ₂₂	0,87	0,76	1,00

It can be seen that the oil extracted from a coarse grind (yield \pm 50%) has a higher percentage of unsaponifiable substances (see *).

Differences also exist in the fatty acid composition. These differences are only due to the particle size distribution and not to the way of grinding or the use of a particular crushing device: the particle size distribution and the fatty acid composition of a sieve fraction, smaller than 0,60 mm, which has been obtained from the coarse grind, lie between those of coarsely and finely ground material (see figure 1 and table 2). Comparison of the percentages of oil obtained by direct extraction of several sieve fractions with those determined after acid treatment (1) of these fractions, leads to the conclusion, that the sieve fraction of 0,15—0,42 is very suitable for a total coffee oil analysis (table 3). In the residue

* In the literature (4) rather high percentages of unsaponifiable material have been reported for oil from to our view apparently incompletely extracted green beans. After roasting this percentage decreased. The yield of oil extraction increased twofold, which is due to the improvement of the accessibility of the cells for the extraction solvent. Thus it is not likely that there is a real loss of unsaponifiable material during roasting: the relatively high percentage in green beans is only due to incomplete extraction.

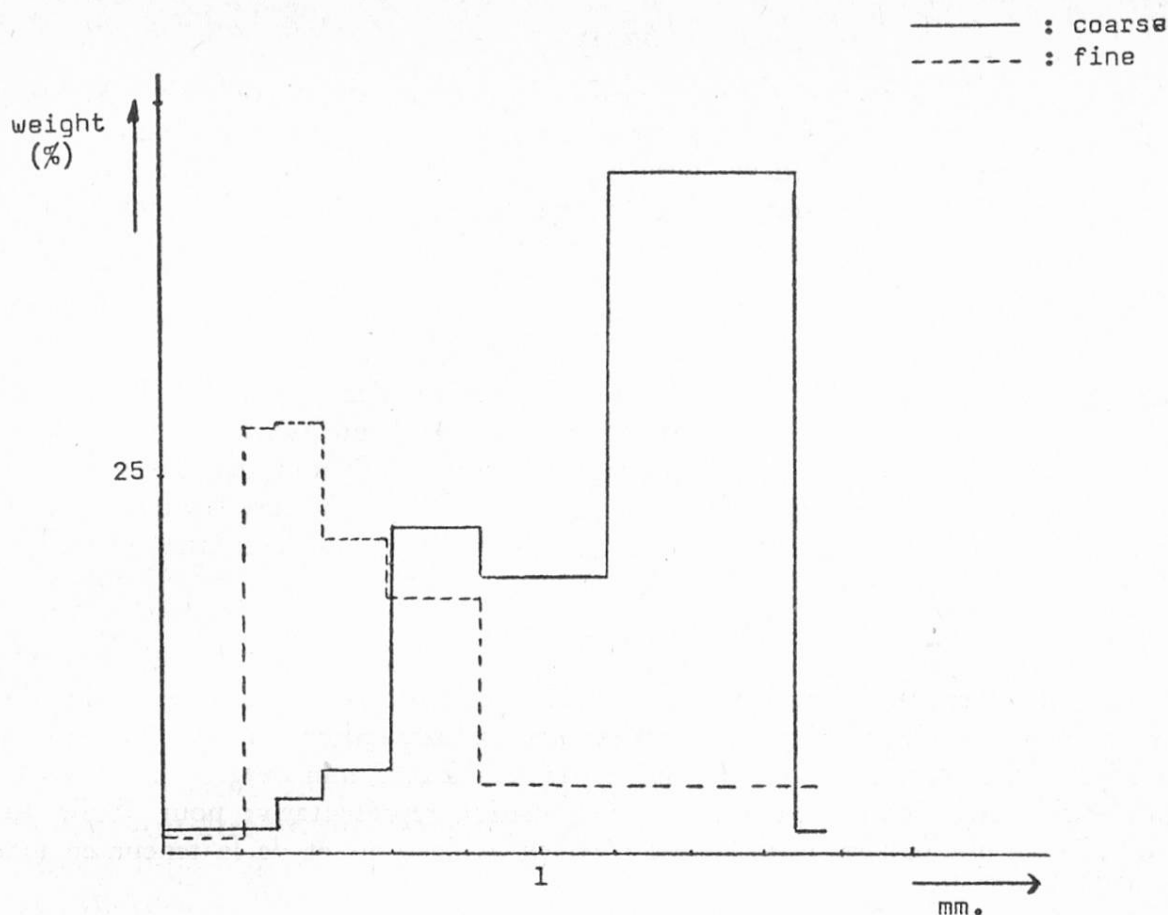


Figure 1. Sieve analysis of coarse and fine mesh material.

Table 3
Percentage oil of three sieve fractions from coarsely ground material

Screen opening (mm)	0,15—0,42	0,42—0,60	0,60—0,85
% Moisture	8,47	8,74	8,88
% Oil — 6 hours direct extraction	15,51	13,10	9,36
% Oil (Schweiz. LMB)	15,54	15,66	14,06

after 6 hours direct extraction only 0,35% oil has been found using the method of the Schweiz. Lebensmittelbuch (1).

This also proves that preheating the grind before extraction (2, p. 410) is not necessary. The danger of oxidation of the oil by heating can thus be avoided.

Acknowledgement

The skilful technical assistance of Mr. M. J. Hooydonk is gratefully acknowledged.

Summary

The yield of oil extraction of green coffee depends on the particle sizes of the grind and on the time of extraction. For sieve fractions with particle size ranging from 0,15 to 0,85 mm the extraction yield has been established. Only oil, obtained from completely extracted material, has been found to be representative for the original coffee oil, as has been derived from the fatty acid composition and the amount of unsaponifiable matter.

Zusammenfassung

Die Extraktionsausbeute von Rohkaffeeöl hängt von der Korngröße des gemahlten Extraktionsgutes und der Extraktionsdauer ab. Die Ausbeute wurde für Siebfraktionen mit Maschenweiten von 0,15 bis 0,85 mm bestimmt. Aufgrund der Zusammensetzung der Gesamtfettsäuren und des Gehaltes an unverseifbarem Material wurde festgestellt, daß nur das mittels erschöpfender Extraktion gewonnene Öl repräsentativ ist für das Öl in der rohen Kaffeebohne.

Résumé

Le rendement en huile de café non torréfié dépend de la grosseur des grains du café moulu et du temps d'extraction. Les rendements des extractions ont été déterminés pour des particules tamisées au travers de mailles de 0,15 à 0,85 mm de grosseur. Seule l'huile obtenue après extraction complète a une composition représentative pour l'huile du café non torréfié, ce qui ressort de la composition en acides gras et de la teneur en matières insaponifiables.

Literature

1. Method 35A/08. Schweizerisches Lebensmittelbuch, 5th edition. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1973.
2. *Pardun, H.*: Analyse der Fette und Fettbegleitstoffe. In: J. Schormüller, Handbuch der Lebensmittelchemie, Bd. IV, 402—1087. Springer Verlag Berlin 1969.
3. *Streuli, H., Schwab-von Büren, H. und Heß, P.*: Methodik der Fettbestimmung in Roh- und Röstkaffee. Mitt. Geb. Lebensm. Hyg. **57**, 142—146 (1966).
4. *Kaufmann, H. P. und Hamsagar, R. S.*: Ueber die Lipide der Kaffeebohne. Westdeutscher Verlag, Köln und Opladen 1969.
5. Method 26.071. Official methods of analysis of the A. O. A. C., 10th edition 1965.
6. Method NEN 3428. Nederlands Normalisatie Instituut, Den Haag 1972.

Dr. J. G. de Heus
D. E. J.-International Research
Company B. V.
Keulsekade 143
Utrecht
The Netherlands

Dipl.-ing. agr. P. Folstar
Prof. Dr. W. Pilnik
Laboratory of Food Chemistry
Agricultural University
De Dreijen 12
Wageningen
The Netherlands

Prof. Dr. H. C. van der Plas
Laboratory of Organic Chemistry
Agricultural University
De Dreijen 5
Wageningen
The Netherlands

Rückstände von Vinylchlorid-Monomer in Speiseölen

M. Rösli, B. Zimmerli und B. Marek*

Eidgenössisches Gesundheitsamt, Bern

Einleitung

Anfangs 1973 konnte die FDA, Washington, bestätigen, daß alkoholische Getränke (Gin, Wodka), die in PVC-Flaschen abgefüllt waren, deutliche Rückstände von Vinylchlorid (VC) enthielten. Später wurde festgestellt, daß auch andere Lebensmittel wie Speiseöle, Fruchtsäfte, Essig und Mineralwasser durch VC aus PVC-Flaschen kontaminiert werden (1).

Die in den USA und in anderen Ländern seit den 60er Jahren aufgetretenen Sterbefälle von Arbeitern, die in der PVC-Industrie, speziell bei der Durchführung der Polymerisation beschäftigt waren, konnten inzwischen in einigen Fällen als eine direkte Folge einer langjährigen Belastung durch VC in der Luft am Arbeitsplatz in Mengen von einigen 100 bis 1000 ppm erkannt werden.

Diese Tatsachen ließen die Frage nach der Gefährdung der Gesundheit des Konsumenten durch VC-Rückstände in Lebensmitteln aufkommen. Einzelne Länder haben seither als zulässige Höchstgrenze 0,05 ppm VC in Lebensmitteln festgelegt.

Im Bestreben, in der Schweiz ein Bild über die Kontamination der Lebensmittel mit VC-Rückständen zu erhalten, haben wir in einer ersten Phase eines Versuchsprogramms 41 Muster von in PVC-Flaschen abgefüllten Speiseölen untersucht. Die Muster wurden als handelsübliche 1-l-Flaschen in der Region Neuenburg-Bern-Freiburg teils bei Großverteilern, teils in Detailgeschäften eingekauft.

Experimentelles

Die VC-Rückstände wurden gaschromatographisch mittels der Dampfraumanalyse (head-space) bestimmt. Die verwendete Methodik entspricht im wesentlichen derjenigen von *D. T. Williams* und *W. F. Miles* (2). Der verwendete Gaschromatograph war mit einem Flammenionisationsdetektor ausgerüstet. Die Nachweisgrenze der Analysenmethode liegt bei 0,005 ppm.

Prinzip: 10 g Probe werden in eine mit Butyl-Gummiseptum verschließbare 25-ml-Penicillinflasche eingewogen. Die Flasche wird während 90 min im Wasserbad bei

* Chef der Sektion Pestizidrückstände und Kontaminationen.

75°C ± 1°C erwärmt, anschließend dem Gasraum 500 µl Gas entnommen und dieses auf Kolonne A dosiert. Positive Proben werden zur Bestätigung auch auf Kolonne B untersucht. Die Eichkurve wird analog durch Zusätze von reinem VC zu einem VC-freien Öl ermittelt.

Kolonne A: Glas, 300 × 0,3 cm, gefüllt mit 5% OV-101 auf Gas-Chrom Q 80—100 mesh; Temperatur 30°C; Stickstoff 20 ml/min; Bruttoretentionszeit VC 107 sec.

Kolonne B: Glas, 300 × 0,3 cm, gefüllt mit Porapak Q 80—100 mesh; Temperatur 140°C; Stickstoff 20 ml/min; Bruttoretentionszeit VC 7 min 43 sec.

Resultate und Diskussion

In der Tabelle 1 sind die Analyseergebnisse der Einzelproben zusammengestellt.

Tabelle 2 enthält die prozentuale Verteilung der total 41 Proben in 7 Klassen nach steigendem VC-Gehalt.

Tabelle 1 Rückstände von Vinylchlorid in Speiseölen

Ursprung	Oelsorte	Erhebungsdatum	Gehalt an VC (ppm)
Großverteiler A	1. Erdnußöl	Nov. 1973	0,600
	2. Erdnußöl	Dez. 1974	0,033
	3. Erdnußöl	Dez. 1974	0,031
	4. Erdnußöl	Jan. 1975	0,086
	5. Sonnenblumenöl	Sept. 1975	n. n.*
	6. Salatöl	Sept. 1975	0,005
	7. Sonnenblumenöl	Sept. 1975	n. n.
	8. Olivenöl	Sept. 1975	n. n.
	9. Sonnenblumenöl	Okt. 1975	n. n.
Großverteiler B	1. Sonnenblumenöl	März 1975	0,005
	2. Sonnenblumenöl	Juli 1975	n. n.
	3. Erdnußöl	Juli 1975	n. n.
	4. Olivenöl	Sept. 1975	0,037
Großverteiler C	1. Erdnußöl	Sept. 1975	0,015
	2. Maiskeimöl	Sept. 1975	n. n.
	3. Sonnenblumenöl	Sept. 1975	n. n.
	4. Speiseöl	Sept. 1975	n. n.
Großverteiler D	1. Rapsöl	Sept. 1975	n. n.
	2. Sonnenblumenöl	Sept. 1975	n. n.
	3. Sonnenblumenöl	Okt. 1975	0,029
	4. Rapsöl	Okt. 1975	0,009

Ursprung	Oelsorte	Erhebungsdatum	Gehalt an VC (ppm)
Diverse Verteiler	1. Sonnenblumenöl	Sept. 1975	0,016
	2. Erdnußöl	Okt. 1975	0,137
	3. Speiseöl	Okt. 1975	0,161
	4. Sonnenblumenöl	Sept. 1975	0,102
	5. Sonnenblumenöl	Okt. 1975	0,067
	6. Sonnenblumenöl	Sept. 1975	1,750
	7. Rapsöl	Sept. 1975	0,730
	8. Sonnenblumenöl	Okt. 1975	0,105
	9. Rapsöl	Okt. 1975	1,330
	10. Olivenöl	Sept. 1975	1,350
	11. Rapsöl	Sept. 1975	0,025
	12. Erdnußöl	Sept. 1975	0,115
	13. Rapsöl	Sept. 1975	0,037
	14. Sonnenblumenöl	Sept. 1975	n. n.
Fettfabrik	1. Erdnußöl	Nov. 1974	0,272
	2. Sonnenblumenöl	Mai 1975	0,005
	3. Sonnenblumenöl	Sept. 1975	n. n.
	4. Sonnenblumenöl	Okt. 1975	0,102
	5. Erdnußöl	Okt. 1975	0,011
	6. Sonnenblumenöl	Okt. 1975	n. n.

* n. n. = nicht nachweisbar

Tabelle 2 Prozentuale Verteilung der VC-Rückstände

Gehalt an VC (ppm)	Anzahl Proben	% der total untersuchten Proben
n. n.—0,005	14	34
0,005—0,01	5	12
0,01 —0,05	8	20
0,05 —0,1	2	5
0,1 —0,5	7	17
0,5 —1,0	2	5
1,0 —2,0	3	7

Bei rund 66% der untersuchten Proben finden wir Rückstände zwischen «nicht nachweisbar» und 0,05 ppm. Interessant scheint uns der Unterschied der VC-Gehalte zwischen den Proben, die bei den Großverteilern und solchen, die in ländlichen Detailgeschäften gleichzeitig eingekauft wurden. Die möglichen Ursachen dieser Unterschiede können die folgenden sein:

- a) Großverteiler: Infolge eines raschen Warenumsatzes eine verhältnismäßig kurze Lagerdauer sowie die Verwendung von PVC-Flaschen mit niedrigem VC-Gehalt gemäß rechtzeitig aufgestellten Spezifikationen in bezug auf die Polymer-Qualität.
- b) Kleine Detailgeschäfte: Verhältnismäßig lange Lagerdauer von z. T. wenig bekannten Oelmarken in Flaschen aus PVC-Polymer von relativ hohem VC-Gehalt, hergestellt vermutlich vor 1974. Bekanntlich enthielten PVC-Polymere vor 1974 VC-Mengen zwischen 100 ppm und 2000 ppm.

Die bei der Mehrzahl der Proben gefundenen Rückstände können, gemäß der gegenwärtig herrschenden Auffassung der Toxikologen, als gesundheitlich unbedenklich angesehen werden. Die Tatsache, daß die Industrie durch neue Technologie der PVC-Herstellung heute in der Lage ist, Rohstoffe für die PVC-Verpackungen mit einem Restgehalt von 1—10 ppm VC zu liefern, läßt erwarten, daß die Kontamination der Lebensmittel durch VC-Rückstände in der Zukunft abnehmen wird.

Zusammenfassung

Die Prüfung von 41 Proben Speiseöl, abgefüllt in PVC-Flaschen, auf Vinylchlorid-Rückstände ergab die folgende Verteilung der Rückstände:

66% der untersuchten Proben wiesen Rückstände von 0,05 ppm auf; bei 27% der Proben lagen die Rückstände zwischen 0,05 ppm und 1,0 ppm, während bei 7% der untersuchten Proben Rückstände zwischen 1,0 ppm und 2,0 ppm gefunden wurden.

Résumé

Le dosage du chlorure de vinyle, effectué sur 41 échantillons d'huile comestible contenue dans des bouteilles en PVC, a permis de constater la répartition suivante des résidus:

66% des échantillons accusent une teneur en chlorure de vinyle allant jusqu'à 0,05 ppm; 27% se situant entre 0,05 et 1,0 ppm et 7% entre 1,0 et 2,0 ppm.

Summary

41 samples of edible oils packed in PVC bottles were tested for vinyl chloride (VC) residues. The repartition of the residue levels was as follows:

66% of all tested samples in the range of n. d. — 0,05 ppm VC; 27% of all tested samples in the range of 0,05 ppm — 1,0 ppm VC; 7% of all tested samples in the range of 1,0 ppm — 2,0 ppm VC.

Literatur

1. US Federal Register, Vol. 40, No. 171, S. 40530 ff (3. September 1975).
2. Williams, D. T. and Miles, W. F.: Gas-liquid chromatographic determination of vinyl chloride in alcoholic beverages, vegetable oils, and vinegars. J. Assoc. Offic. Analyt. Chemists **58**, 272—275 (1975).

M. Rösli
Dr. B. Zimmerli
Dr. B. Marek
Eidg. Gesundheitsamt
Abt. Lebensmittelkontrolle
Sektion Pestizidrückstände
und Kontaminationen
Haslerstraße 16
CH-3008 Bern