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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 41 (1950)

Heft: 3-4

Artikel: Dosage des hydrocarbures halogénés dans les cafés sans caféine

Autor: Deshusses, J. / Desbaumes, P.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-983752

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: 09.07.2025

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

Dosage des hydrocarbures halogénés dans les cafés sans caféine

par *J. Deshusses* et *P. Desbaumes*
(Laboratoire cantonal, Genève)

L'article 294, alinéa 5, de l'Ordonnance réglant le commerce des denrées alimentaires, stipule que les cafés sans caféine ne doivent contenir aucune trace des substances utilisés pour l'extraction de la caféine.

Cependant, il n'était guère possible de s'assurer que cette exigence était satisfaite pour les cafés sans caféine du commerce car le Manuel suisse des denrées alimentaires ne mentionne aucune méthode pour déceler, identifier ou doser les solvants organiques que les cafés peuvent éventuellement contenir à l'état de traces.

Pourtant, les chimistes n'ont pas négligé d'étudier ce problème mais les difficultés que suscitent l'identification et le dosage des hydrocarbures n'avaient pas encore permis jusqu'ici de donner une solution satisfaisante à ce problème.

Waser et *Janett* [1]), dans un mémoire publié en 1937, ont exposé les résultats de leurs recherches et ont décrit une méthode dont le principe repose sur l'entraînement des hydrocarbures dans un courant de vapeur d'eau et la mesure du volume des hydrocarbures séparés de la phase aqueuse. Partant d'un kilo de café moulu auquel ces chimistes ajoutaient un volume déterminé d'un hydrocarbure chloré (2 cm^3) les expériences ont montré que les pertes sont élevées au cours de la distillation des solvants dont le point d'ébullition est inférieur à 80^0 tandis qu'on récupère presque intégralement la quantité de solvant mise en jeu pour les hydrocarbures dont le point d'ébullition est supérieur à 80^0.

Tout procédé de dosage doit être cependant assez sensible pour permettre le dosage de quelques milligrammes seulement d'hydrocarbure dans une prise de 50 à 100 gr. de café.

La méthode de *Waser* et *Janett* ne nous ayant pas paru offrir cette condition première, nous avons donc cherché à établir une méthode basée sur un autre principe.

Notre méthode qui n'est applicable pour le moment qu'aux hydrocarbures halogénés, consiste à entraîner les solvants dans un courant d'air chaud et à soumettre les gaz à une température voisine de 900^0. La pyrolyse transforme les hydrocarbures halogénés en acides halogénés correspondants, lesquels sont recueillis et dosés gravimétriquement ou volumétriquement.

Nos appareils et le mode opératoire sont identiques à ceux que nous avons décrits dans un mémoire précédent sur le dosage des hydrocarbures halogénés dans le blé traité par certains insecticides [2]).

A. Mode opératoire

Introduire dans le ballon F, 50 ou selon les cas, 100 gr. de café en grain ou moulu. Ajouter 100 cm³ d'eau distillée et une trace d'anti-moussant.

Chauffer l'eau de la chaudière O et, pendant quelques minutes, laisser la vapeur s'échapper par le robinet D. Faire fonctionner la trompe à vide, ouvrir le robinet H, le robinet E restant fermé, et régler la vitesse du courant d'air à 10 litres-heure. Fermer le robinet D et ouvrir le robinet C.

Après avoir fait circuler l'air dans l'apparail pendant 1 heure, on met le ballon hors circuit et arrête le chauffage de la chaudière et on laisse circuler l'air dans le tube laboratoire pendant un quart d'heure environ.

L'expérience terminée, le contenu des deux premiers absorbeurs est recueilli dans une éprouvette spéciale pour centrifuge, d'une contenance de 100 cm³ et les absorbeurs sont lavés à plusieurs reprises avec une petite quantité d'eau distillée. Le contenu de l'éprouvette est fortement acidifié au moyen d'acide nitrique en prenant la précaution de couvrir l'éprouvette avec un verre de montre pour éviter des pertes par projection.

On ajoute 10 cm³ de la solution de nitrate d'argent 0,03 N puis on centrifuge. Le précipité est recueilli dans un petit creuset à plaque de verre fritté (D. 20 mm.; H. 35 mm.) préalablement taré. Après lavage du précipité, le creuset est séché et pesé.

Du poids de chlorure ou bromure d'argent, on calcule la quantité de chlore ou de brome. Le filtrat est titré en présence d'alun ferrique ammoniacal au moyen de la solution de sulfocyanure en utilisant une burette graduée en 20e cm³. Il ne nous a pas été possible d'identifier les substances halogénées volatiles dont nous constations la présence dans les cafés sans caféine. Nous avons donc exprimé, conventionnellement, nos résultats en chlore.

B. Résultats

Nous avons prélevé dans le commerce des cafés ordinaires, des cafés sans caféine ainsi qu'un thé sans théine.

1. Cafés ordinaires

Tous les cafés ordinaires sont exempts de composés volatils halogénés.

2. Cafés sans caféine, en grain

Marques	Composé halogéné volatil en mg. par kg., calculé en chlore
A	11,8
A	5,7
B	9,9
C	23,7
D	7,4

3. Cafés, sans caféine, moulus

Pour nous rendre compte de l'effet de la mouture sur le café sans caféine, nous avons moulu des échantillons de café dans un moulin de ménage et dosé les hydrocarbures halogénés dans le café en grain et dans le café moulu. Il est possible que la volatilisation des hydrocarbures halogénés soit influencée par le degré de mouture.

	Composé halogéné volatil en mg. par kg., calculé en chlore	
	Café en grain	Café moulu
A	11,4	9,7
B	9,4	8,5

Un échantillon de café moulu, contenant le 12 mars, 10,1 mg. d'un composé halogéné par kilo a été conservé dans un flacon de verre. Après 1 mois, l'analyse révèle encore la présence de 9,8 mg. de ce composé halogéné par kilo.

4. Produits divers

Le Nescafé sans caféine et le thé Infré sans théine sont exempts de produits volatils halogénés.

5. L'infusion de café sans caféine contient-elle des produits volatils halogénés?

Nous avons tenu à préparer une infusion de café sans caféine pour nous rendre compte si les composés halogénés dont nous constatations la présence dans les cafés, passaient dans l'infusion.

Nous avons donc préparé une infusion en versant, comme le font les ménagères, 400 cm^3 d'eau bouillante sur 50 gr. de café sans caféine, marque C. Les résultats obtenus sont les suivants:

	Composé halogéné volatil en mg., calculé en chlore
Café (50 gr.)	1,18
Marc	0,23
Infusion	0,05

On constate donc une volatilisation du composé halogéné au cours de la préparation de l'infusion et une faible rétention de ce composé par le marc de café. L'infusion ne renferme plus que des traces négligeables.

Conclusion

Nous avons mis au point une méthode de dosage des hydrocarbures halogénés dans les cafés sans caféine. Elle consiste à chasser les corps volatils du café au moyen de vapeur d'eau et à entraîner ces corps dans un courant d'air. Les gaz sont soumis ensuite à une pyrolyse à 900°. Ces hydrocarbures halogénés sont décomposés et se transforment en un acide halogéné qui est dosé. Tous les cafés sans caféine que nous avons examinés,

à l'exception du Nescafé sans caféine, renferment un composé organique halogéné. L'infusion préparée avec ces cafés sans caféine ne contient pratiquement plus de composé organique halogéné.

Schlussfolgerung

Es wurde eine Methode ausgearbeitet zur Bestimmung von halogenierten Kohlenwasserstoffen in entkoffeiniertem Kaffee. Sie besteht darin, dass die flüchtigen Bestandteile des Kaffees mit Wasserdampf abgetrieben und dann in einem Luftstrom einer Pyrolyse bei 900° C ausgesetzt werden. Dabei werden diese Halogenkohlenwasserstoffe zersetzt unter Bildung von Halogenwasserstoffsäure, welche dann bestimmt werden kann. Alle bisher geprüften entkoffeinierten Kaffeesorten, mit Ausnahme von koffeinfreiem Nescafé, enthalten organische Halogenbestandteile; hingegen konnten in den Aufschüttungen dieser Kaffeesorten praktisch keine halogenierten organischen Verbindungen mehr nachgewiesen werden.

Littérature

[1]) *Waser* et *Janett*, Ces Trav. **28**, 103 (1937).
[2]) *Deshusses* et *Desbaumes*, Ces Trav. **41**, 39 (1950).

Berichtigung zu unserer Arbeit:

Zur Theobrominbestimmung im Kakao und über seinen Gehalt an Theobromin, Koffein und Mineralstoffen

Diese Mitt. **41**, 155 (1950)

Herr Dr. *Ph. Sjöstedt* hat uns brieflich darauf aufmerksam gemacht, dass die in unserer Arbeit in Tabelle 3 (Seite 161) angegebenen Fettgehalte der Kakaorohbohnen zu niedrig sind. Der Fehler sei auf unvollständige Extraktion der nicht genügend fein gemahlenen Kakaobohnen zurückzuführen. Ferner bemerkt er dazu, dass für den Fall der Extraktion ohne Aufschluss die Kakaobohnen zuvor zwischen Stahlzylindern fein vermahlen werden müssen. Blosses Verreiben im Porzellanmörser genüge nicht, um alle Zellen zu zerreissen, das Fett freizulegen und dem Lösungsmittel zugänglich zu machen.

Dazu möchten wir folgendes bemerken:

In unserer Arbeit ging es uns in erster Linie darum, das Fett der Kakaobohnen ohne vorherigen chemischen Aufschluss mit Petroläther zu extrahieren, um anschliessend daran einesteils das Fett auf seine Kennzahlen hin prüfen zu können und anderenteils in der fettfreien Kakaomasse das Theobromin und Koffein zu bestimmen. Dabei waren wir uns bewusst, dass das von uns angewandte Extraktionsverfahren gegenüber der internationalen Methode, bei welcher die Fettbestimmung erst nach einem Aufschluss mit 4n-HCl erfolgt, Nachteile besitzt. Wie wir bei nachträglich durchgeführten Fettbestimmungen nach