

Identification de mélanges de cafés d'espèces Arabica – Robusta. Mise au point sur les méthodes utilisées.



Michel DERBESY - Benoît PORTELLI - Martine ROMETTE
SAI Chimie 13120 GARDANNE
Lauriane LAMI – IUT Marseille – Licence MTACB

Coffea canephora variante Robusta

Coffea Arabica



CONTRÔLE A PARTIR DU DOSAGE CPG DES STEROLS

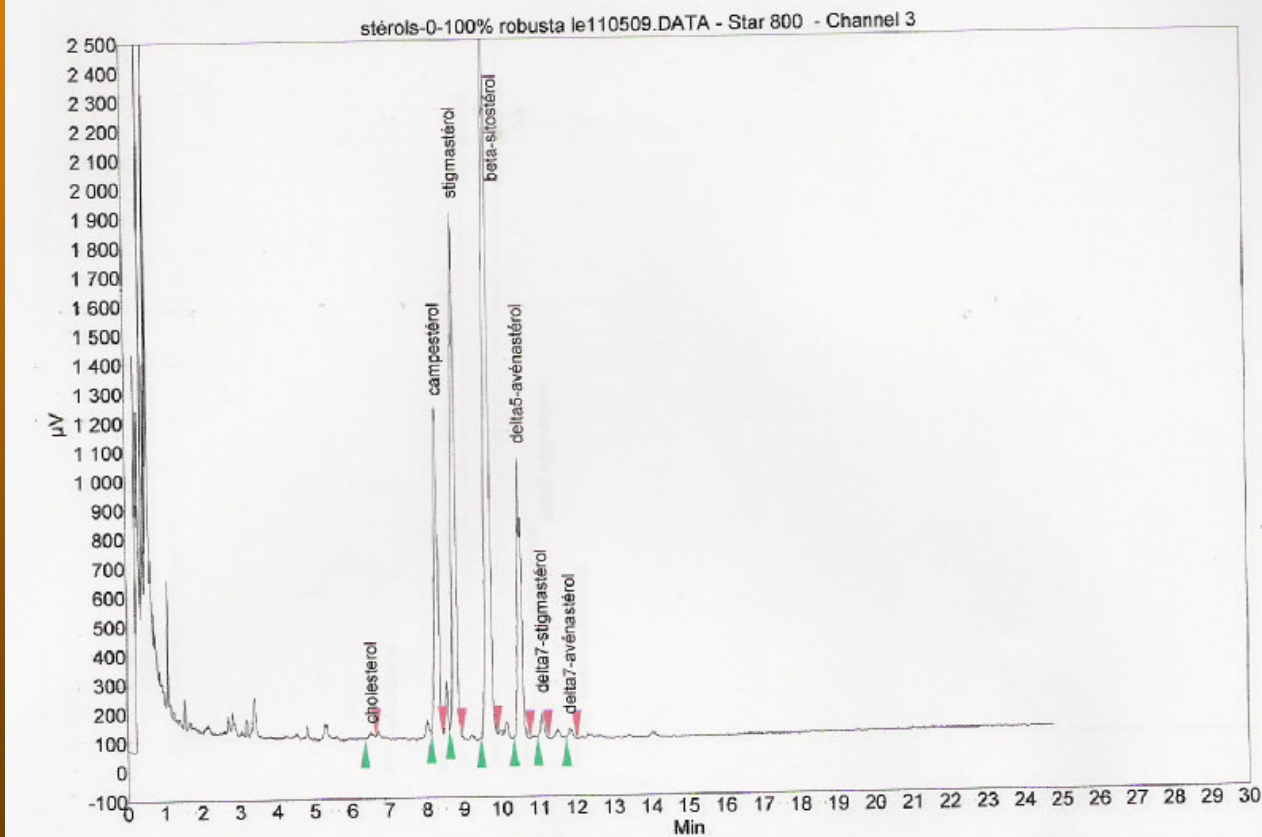
(1984 – A.DUPLATRE – C.TISSE – J.ESTIENNE)

- Teneurs relatives en δ^5 -avénostérol
Arabica : 2 à 3 %
Robusta : 9 à 11 %
- Rapport K. β -sitastérol/ δ^5 -avénostérol
Arabica : > 30
Robusta : < 10



Chromatogramme stérols

Référence: robusta côte d'ivoire
(stérols-0-100% robusta le110509)



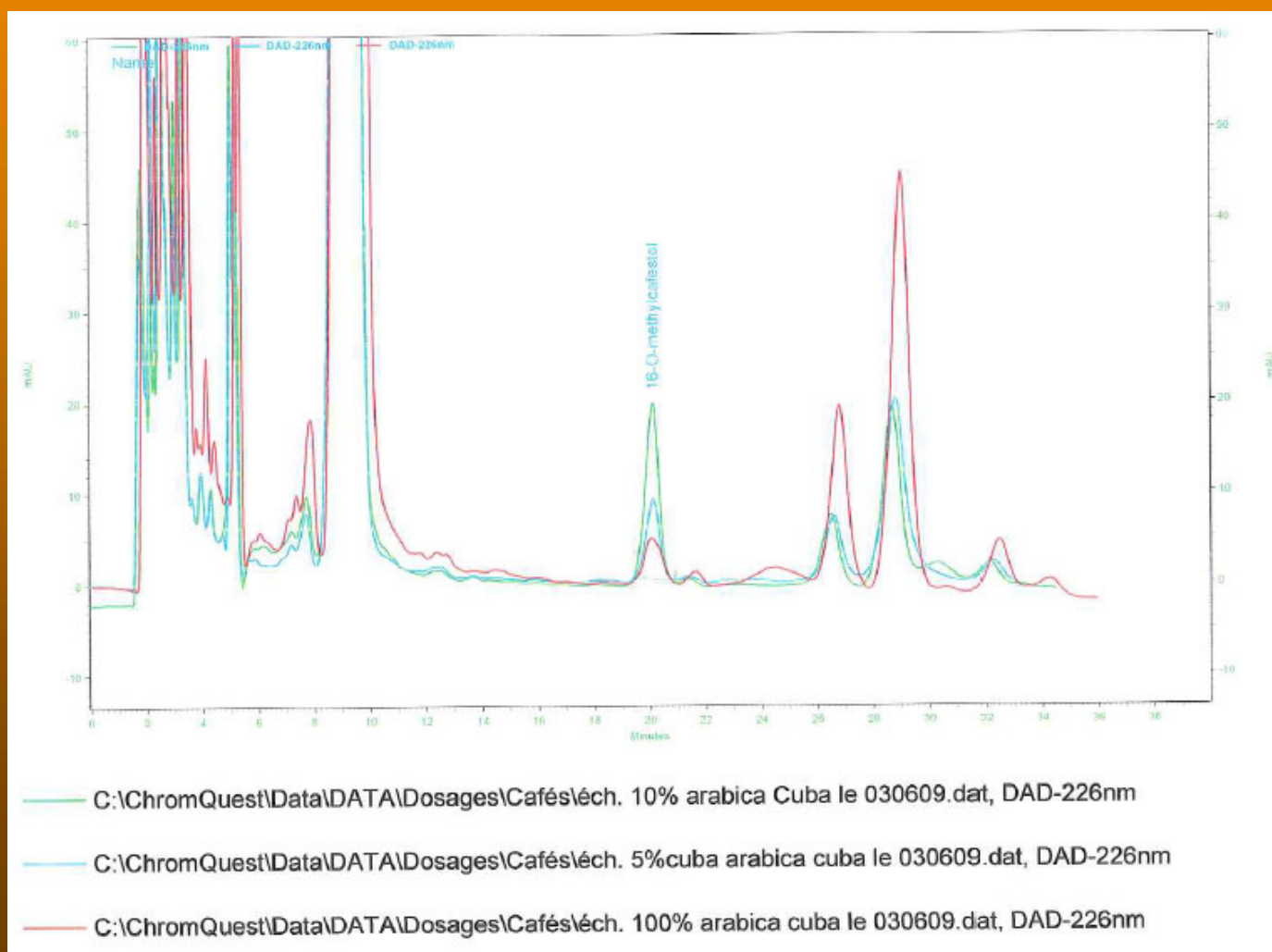
LIMITES DE LA METHODE A PARTIR DES STEROLS

(M.D. TROUCHE – M.DERBESY – J. ESTIENNE (1997))

- Présence du δ^5 -avénostérol dans les deux variétés.
- Teneurs en « fraction stérolique » différentes pour chaque échantillon.
- Pour les faibles teneurs de Robusta, la variation du rapport K est plus faible que la fourchette de valeurs trouvées pour les échantillons Arabica purs.

Proposition de contrôle par le dosage HPLC du 16-O-méthyl-cafestol.

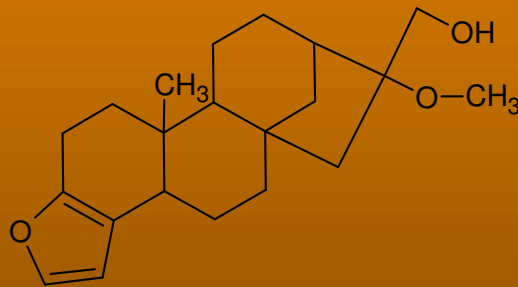
Chromatogramme du 16-O-Me



CONTRÔLE A PARTIR DU 16-O-METHYL-CAFESTOL

(M.D. TROUCHE – M.DERBESY – J. ESTIENNE (1997))

A partir des travaux de SPEER dans les années 1990 :
mise au point du dosage de routine de l'alcool diterpénique
présent dans la fraction insaponifiable.



Une étude systématique sur une centaine d'échantillons principalement d'origine AFRIQUE nous étions arrivés à la conclusion suivante sur le dosage du 16-O-méthyl-cafestol :

Arabica : < 50 mg/kg

Robusta : 900 à 1900 mg/kg

MOTIVATIONS DE NOTRE INTERVENTION

Utilisation abusive du tableau publié dans notre article de 1997

Composition des stérols dans les cafés	0% robusta	10 % robusta	20 % robusta	30% robusta	40% robusta	50% robusta	60% robusta	70% robusta	80% robusta	90% robusta	100% robusta
Campestérol (en %)	19,65	18,18	17,8	19,68	18,18	17,28	17,0	16,28	16,03	15,52	15,86
Stigmastérol (en %)	22,38	24,7	23,12	23,62	23,50	22,22	22,3	22,32	22,90	20,09	21,38
β Sitostérol (en %)	54,84	52,9	52,38	50,87	52,81	53,08	52,6	52,09	51,91	50,68	50,34
δ5 Avénastérol (en %)	1,60	2,35	4,08	5,2	5,54	6,58	7,4	8,37	9,16	11,87	12,41
δ7 Stigmastérol (en %)	0,57	0,60	0,68	0,65	0,60	0,45	0,3	0,2	N.D.	N.D.	0,1
δ7 Avénastérol (en %)	0,50	0,60	0,68	0,50	0,30	0,40	0,39	0,4	N.D.	N.D.	N.D.
Rapport K*	34,27	22,51	12,84	9,78	9,53	8,06	7,1	6,22	5,66	4,57	4,06

*K = β Sitostérol/δ5 Avénastérol

N.D. = non détecté

« Dans ce tableau qui est un cas d'école où l'on connaît les deux constituants du mélange, l'utilisation du dosage des stérols peut paraître suffisant pour identifier la présence de 10% de Robusta dans de l'Arabica. Cependant, dans un cas général où l'on ne connaît pas la nature des cafés mélangés, l'analyse du 16-O-méthyl-cafestol est indispensable pour confirmer ou infirmer ce résultat. »

CONTROLE DES CAFES ARABICA D'AMERIQUE DU SUD

Suite à plusieurs « problèmes commerciaux » incriminant sur la base du seul rapport K une coupe de l'ordre de 15% de Robusta dans de l'Arabica : contrôle d'échantillons fournis par importateur ou achetés en grandes surfaces (1^{er} semestre 2009)

Echantillons	δ5 Avénastérol	K
Colombie (15 échantillons)	2,2 à 2,7 %	19,4 à 23,4
Brésil (9 échantillons)	2,5 à 2,8 %	20 à 24
Cuba (1 échantillon)	1,8 %	28,0
Costa Rica (1 échantillon)	2,1 %	25,2

CONTROLE DES CAFES ARABICA D'AMERIQUE DU SUD

Suite à plusieurs « problèmes commerciaux » incriminant sur la base du seul rapport K une coupe de l'ordre de 15% de Robusta dans de l'Arabica : contrôle d'échantillons fournis par importateur ou achetés en grandes surfaces (1^{er} semestre 2009)

Echantillons	δ5 Avénastérol	K	16-O-Méthyl-Cafestol
Colombie (15 échantillons)	2,2 à 2,7 %	19,4 à 23,4	4 à 15 ppm
Brésil (9 échantillons)	2,5 à 2,8 %	20 à 24	4 à 13 ppm
Cuba (1 échantillon)	1,8 %	28,0	9 ppm
Costa Rica (1 échantillon)	2,1 %	25,2	6 ppm

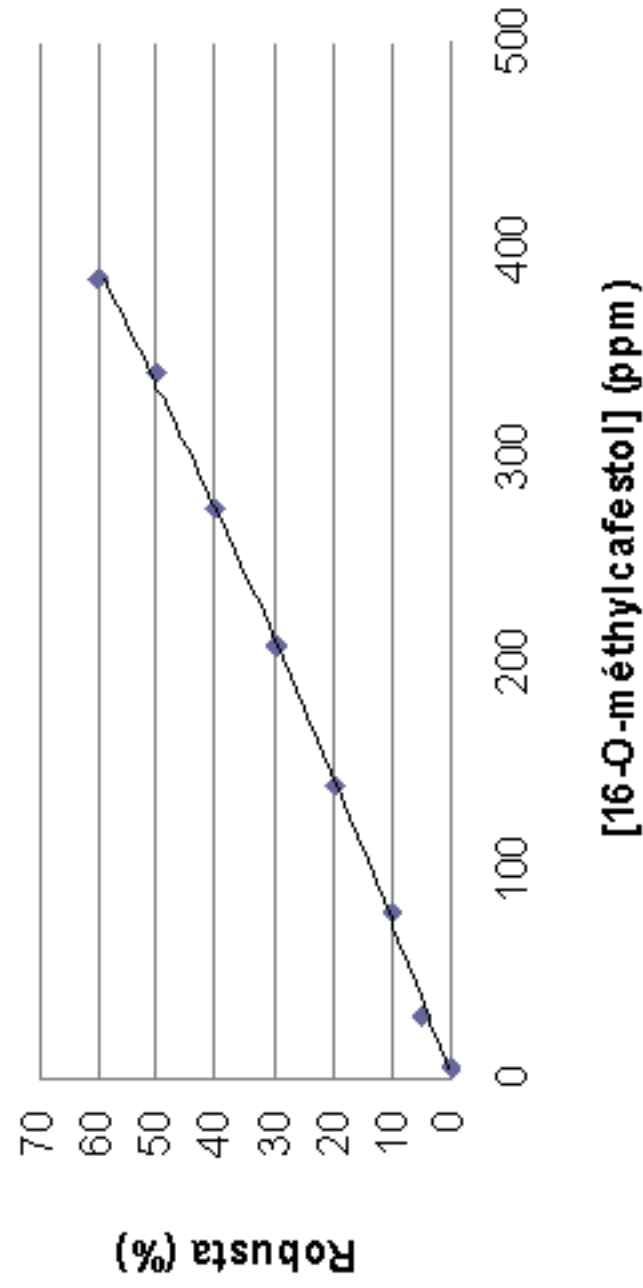
VARIATION DE LA TENEUR EN 16-O-METHYL-CAFESTOL

Côte d'ivoire
(3 échantillons) → 1350 – 850 ppm

Cameroun
(2 échantillons) → 1300 – 550 ppm

(En 1997, les différents échantillons analysés > 1000 ppm)

Evolution de la teneur en 16-O-méthylcafestol en fonction du pourcentage de robusta



Vérification du seuil de détection 1/2

	0 % robusta <i>Arabica Brésil</i>	5 % robusta	10 % robusta	100 % robusta <i>Côte d'Ivoire</i>
Teneur en huile (%)	16.0	15.3	14.5	7.3
Teneur en insaponifiable (%)	0.8	0.6	0.9	0.4
[16-O-méthylcafestol] (ppm)	5.3	33	82	850

	0 % robusta <i>Arabica Colombie</i>	5 % robusta	10 % robusta	100 % robusta <i>Côte d'Ivoire</i>
Teneur en huile (%)	14.2	14.8	14.9	7.3
Teneur en insaponifiable (%)	0.9	0.8	0.9	0.4
[16-O-méthylcafestol] (ppm)	4.6	43	107	850

Vérification du seuil de détection 2/2

	0 % robusta Arabica Costa Rica	5 %robusta	10 %robusta	100 % robusta Côte d'Ivoire
Teneur en huile (%)	14.8	14.9	14.4	7.3
Teneur en insaponifiable (%)	0.5	0.7	0.7	0.4
[16-O-méthylcafestol] (ppm)	5.3	28	67	850

Conclusion

- Au terme de cet exposé, on souligne à nouveau la difficulté à déterminer la nature de mélanges de produits naturels, en se basant sur le dosage des principes actifs qu'ils contiennent.
Surtout pour déterminer les faibles proportions < 10 %.
- En ce qui concerne les mélanges de café Robusta/Arabica, on confirme à nouveau les limites de la méthode par le dosage des stérols.
- En ce qui concerne la traçabilité des cafés « Arabica » par le 16-O-Méthyl-Cafestol, la fourchette de 50 ppm proposée en 1997 paraît trop large.
- Dans l'état actuel des connaissances et en l'absence de critères normalisés pour des teneurs supérieures à 20 ppm, il faut pouvoir disposer du maximum d'informations sur l'échantillon analysé avant de donner une conclusion.