

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

SAI chimie

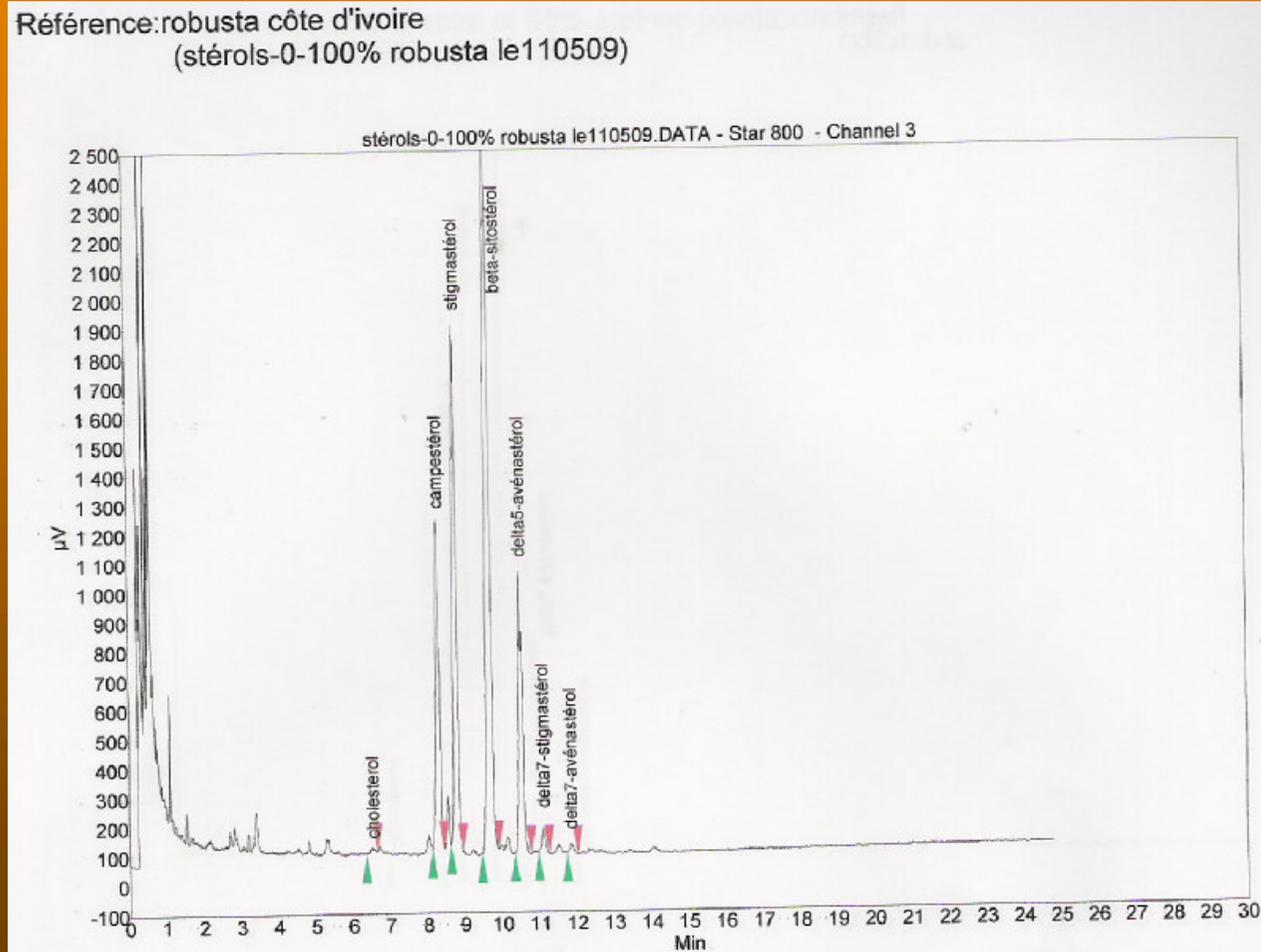
CONTRÔLE A PARTIR DU DOSAGE CPG DES STEROLS

(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



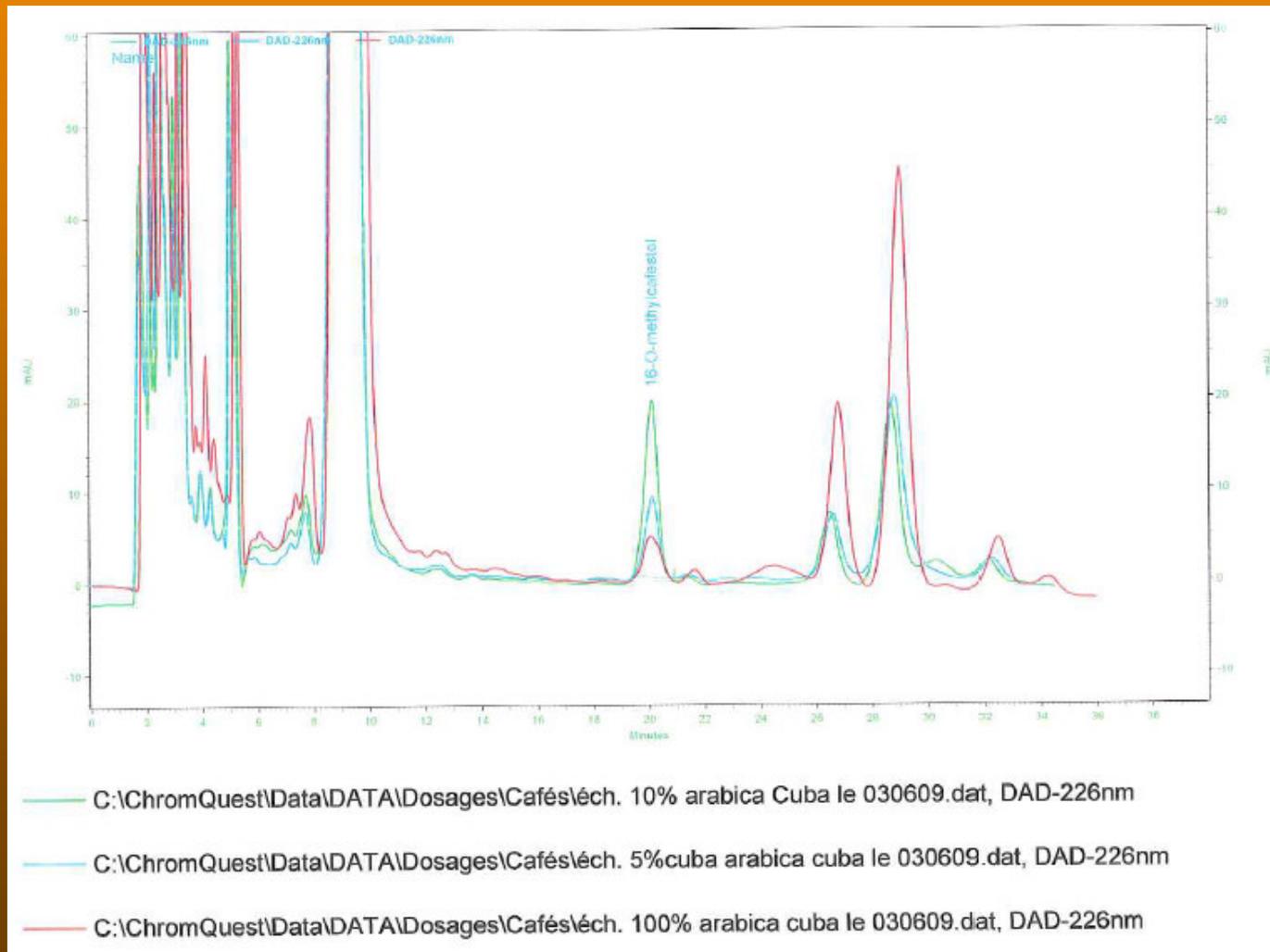
LIMITES DE LA METHODE A PARTIR DES STEROLS

(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.

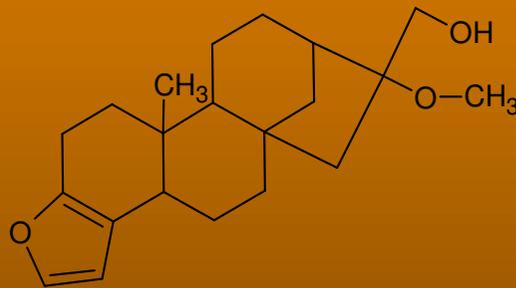
Chromatogramme du 16-O-Me



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 |
| $\delta 5$ Avénastérol (en %) | 1,60 | 2,35 | 4,08 | 5,2 | 5,54 | 6,58 | 7,4 | 8,37 | 9,16 | 11,87 | 12,41 |
| $\delta 7$ Stigmastérol (en %) | 0,57 | 0,60 | 0,68 | 0,65 | 0,60 | 0,45 | 0,3 | 0,2 | N.D. | N.D. | 0,1 |
| $\delta 7$ 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/ $\delta 5$ 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 | $\delta 5$ 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 |

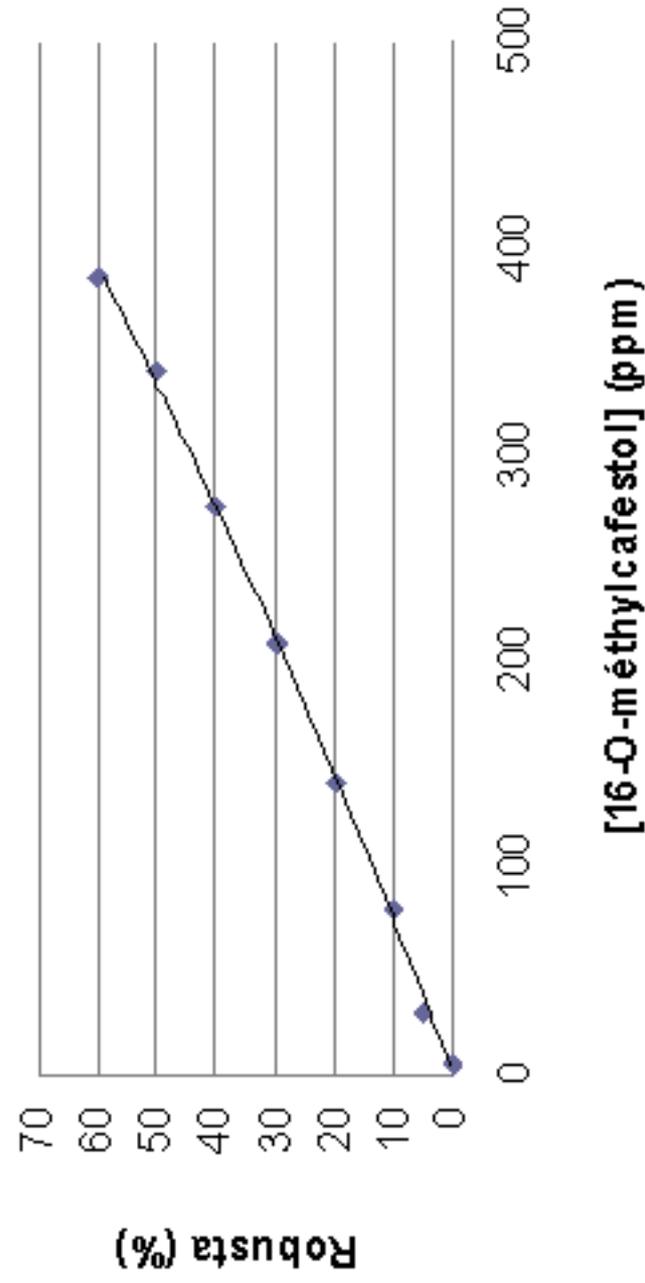
VARIATION DE LA TENEUR EN 16-O-METHYL-CAFESTOL

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 Arabica Brésil | 5 % robusta | 10 % robusta | 100 % robusta Côte d'Ivoire |
|------------------------------|---|--------------------|---------------------|--|
| 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 Arabica Colombie | 5 % robusta | 10 % robusta | 100 % robusta Côte d'Ivoire |
|------------------------------|---|--------------------|---------------------|--|
| 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 <i>Arabica Costa Rica</i> | 5 % robusta | 10 % robusta | 100 % robusta <i>Côte d'Ivoire</i> |
|--------------------------------|---|--------------------|---------------------|--|
| 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.