

Addition de caféine et de théobromine dans les chocolats? = Addition of caffeine and theobromine to chocolate?

Autor(en): **Herrmann, A. / Lötscher, E. / Wagmann, M.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **73 (1982)**

Heft 1

PDF erstellt am: **22.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983446>

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.

Addition de caféine et de théobromine dans les chocolats?

Addition of Caffeine and Theobromine to Chocolate?

A. Herrmann, E. Lötscher et M. Wagmann

Laboratoire cantonal de Bâle-Ville, Bâle

Direction: Dr *M. R. Schüpbach*

Introduction

Une rumeur publique soutenait que l'industrie chocolatière ajoutait dans ses produits des alcaloïdes afin de provoquer chez le consommateur une forme de dépendance comme celle due à l'absorption régulière de café. Pour tenter de contrôler cette supposition, nous avons mesuré la teneur en caféine et théobromine des différents composants utilisés dans la fabrication de chocolats et calculé sur la base des recettes de fabrication la concentration théorique dans les produits finis. Ce résultat est comparé avec celui obtenu analytiquement pour les produits du marché. En outre une analyse de 30 tablettes de chocolat parmi les plus courantes permet de contrôler si un produit a une teneur en alcaloïdes suspecte.

La technique d'extraction ainsi que la méthode analytique par HPLC ont été optimisées afin d'obtenir une reproductibilité satisfaisante de l'analyse.

Analyse

La technique d'analyse par HPLC est préférable à plusieurs titres: il existe déjà un bon nombre de publications d'où tirer les conditions expérimentales afin de séparer la caféine de la théobromine (1-5); l'extraction de ces substances peut se faire simplement par voie aqueuse (5, 6) ou par extraction au chloroforme (7).

Néanmoins, il nous est apparu que certains échantillons présentaient une concentration nettement plus faible en théobromine après avoir été entreposés 5 mois au frais. Ainsi qu'on le voit dans le tableau 1 cette diminution est remarquable surtout pour les chocolats noirs.

L'extraction se faisait par l'eau au bain-marie à 80 °C pendant 5 minutes; un contrôle a montré qu'une extraction de 30 minutes n'augmente pas le rendement et que la théobromine supporte sans décomposition une extraction prolongée à chaud. Nous avons alors appliqué une extraction acide (9) et le tableau 2 montre que dans ces conditions la reproductibilité de l'analyse est très bonne avec une

Tableau 1. Teneur en théobromine (ppm) dans les chocolats obtenue par extraction classique avant et après entreposage

N°	Type de chocolat	Juin 1980	Novembre 1980
1	au lait	1289	1070
2	au lait	1176	1080
3	noir	4791	2630
4	noir	4097	2327
6	noir	4994	3046
8	noir	4744	2356
9	noir	4456	2052

Tableau 2. Teneur en théobromine (ppm) dans les chocolats obtenue par extraction acide avant et après entreposage

N°	Juin 1980	Février 1981	\bar{x}	s
3	4791	5509	5150	9,9%
4	4097	3850	3974	4,4
6	4994	5360	5177	5,0
8	4744	4336	4540	6,4
9	4456	4454	4455	0,0
11	4092	4025	4059	1,2
13	3061	3080	3071	0,4
			\bar{s} 3,9	

déviations standard moyennes de 3,9% pour la théobromine. La teneur en caféine est systématiquement plus élevée lors d'une extraction acide que lors d'une extraction neutre.

Extraction

Environ 5 g de chocolat ou d'ingrédient en morceaux grossiers sont pesés dans un becher de 150 ml. On ajoute environ 60 ml d'eau et 5 ml d'acide chlorhydrique à 25%. Le mélange est chauffé au bain-marie à 80 °C pendant 10 minutes en remuant de temps en temps.

La suspension est transvasée dans un ballon jaugé de 200 ml, refroidie et amenée à un pH d'environ 6. On y ajoute 7 ml des deux solutions Carrez (10) et on complète à la marque avec de l'eau désionisée. Le mélange est filtré sur filtre plissé et la solution est injectée sans autre si une précolonne est employée pour la chromatographie, sinon il est préférable de filtrer à 0,45 μ m quelques millilitres d'aliquot.

Une colonne de 25 cm de long et de 4,6 mm de diamètre remplie de matériel RP-18 de 7 μm (Knauer, Oberursel, D) et protégée par une pré-colonne de 4 cm de long du même type est attachée à un bloc injecteur (Rheodyne 7105) et à une pompe (Altex 1000) suivant le schéma classique d'un système isocratique. L'éluant (11) composé de 20% d'acétonitrile dans un tampon aqueux de phosphate à 0,25% (pH = 7) est maintenu à un flux constant de 1 ml/minute. La mesure se fait à l'aide d'un spectrophotomètre UV (Uvikon) à 270 nm de longueur d'onde. Le détecteur est couplé à un microprocesseur (Spectra Physics 4000) pour exécuter les calculs. La linéarité de l'étalonnage est respectée dans un domaine de concentration de 1 à 1000 ppm en injectant au plus 10 μl de solution. La figure 1 montre un chromatogramme type obtenu dans ces conditions avec 2 μl d'extrait d'un chocolat au lait.

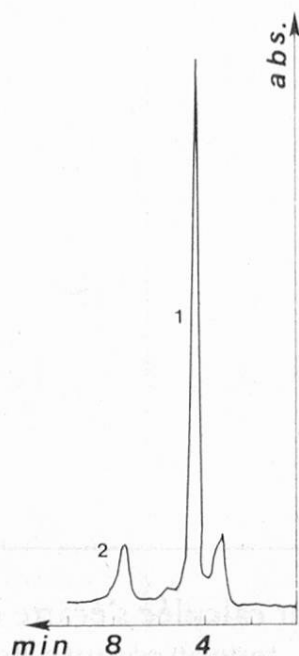


Fig. 1. Chromatogramme typique d'un extrait de chocolat au lait; injection de 2 μl
 1 = théobromine 2 = caféine

Résultats

Alcaloïdes pendant la fabrication du chocolat

Le tableau 3 donne la teneur en théobromine et en caféine des ingrédients utilisés pour la fabrication d'un chocolat noir et d'un chocolat au lait (couverture). La concentration en alcaloïdes calculée à partir de ces résultats, en se basant sur la recette, pour le produit intermédiaire et pour le produit final y est indiquée en même temps que la concentration trouvée analytiquement dans ces produits.

Tableau 3. Concentration d'alcaloïdes dans les ingrédients, produits intermédiaires et produit finis

Echantillon	Teneur en	
	théobromine ppm	caféine ppm
1 Type noir		
masse de cacao A	11 470	1 655
masse de cacao B	12 380	426
masse de cacao C	8 800	1 460
beurre de cacao	54	145
intermédiaire: calculé	4 707	631
mesuré	4 860	563
masse	4 707	631
beurre de cacao	54	145
produit fini: calculé	4 270	585
mesuré	4 200	500
2 Type couverture		
masse de cacao D	11 510	1 430
masse de cacao E	9 160	2 550
beurre de cacao	18	113
intermédiaire: calculé	1 470	247
mesuré	1 490	233
masse	1 470	247
beurre de cacao	18	113
produit fini: calculé	1 350	235
mesuré	1 390	258

Pour la théobromine la valeur calculée s'écarte de $-4,8\%$ à $+3,3\%$ de celle mesurée, ce qui est très satisfaisant, tenant compte de l'erreur propagée sur la valeur calculée. En ce qui concerne la caféine, la corrélation est bien moins bonne et les différences varient de -11% à $+10\%$. Cette fluctuation s'explique surtout par une erreur relative importante qui entache la mesure de petites quantités de caféine. Une détermination plus précise est possible en injectant un plus gros volume ($10 \mu\text{l}$) d'échantillon.

Alcaloïdes dans des produits finis

Le tableau 4 donne pour les deux sortes de chocolat la teneur en théobromine et en caféine de 30 tablettes de chocolat de 100 g. Une tablette de chocolat au lait typique contient 150 mg d'alcaloïdes alors qu'une tablette de chocolat noir en contient environ 500 mg. La figure 2 rassemble ces résultats sous forme d'histogramme et permet de constater une distribution homogène des échantillons et l'absence de valeurs surfaites.

Tableau 4. Alcaloïdes dans les tablettes de chocolat (en ppm)

Producteur No	Noir	Au lait	Théobromine	Caféine	
A	1	*	1289	140	
	2	*	1176	183	
	3		*	4791	653
	4		*	4097	532
B	5	*	1112	145	
	6		*	4996	210
C	7	*	947	165	
D	8		*	4744	703
	9		*	4456	677
E	10	*	1172	160	
F	11		*	4092	569
	12	*		1238	122
	13		*	3061	431
G	14	*	1033	238	
H	15	*	1261	75	
	16	*	2855	489	
I	17	*	2457	200	
	18	*	1242	126	
	19		*	5279	419
J	20	*	1097	87	
	21	*	1736	137	
	22		*	4132	549
	23	*		4152	216
K	24	*	1925	147	
	25		*	4483	93
L	26	*	1406	294	
	27		*	3557	441
	28		*	4902	485
M	29	*	1715	126	
	30		*	6855	407

Discussion

Il est remarquable qu'une extraction d'un produit quelque peu vieilli doive se faire en milieu acide pour atteindre un rendement comparable à celui d'une extraction neutre d'un produit frais. Il est probable que la théobromine libre se combine au cours du temps avec des composants présents dans la matrice (catéchines, chlorogénates potassiques, glucose etc.) cela est d'autant plus possible

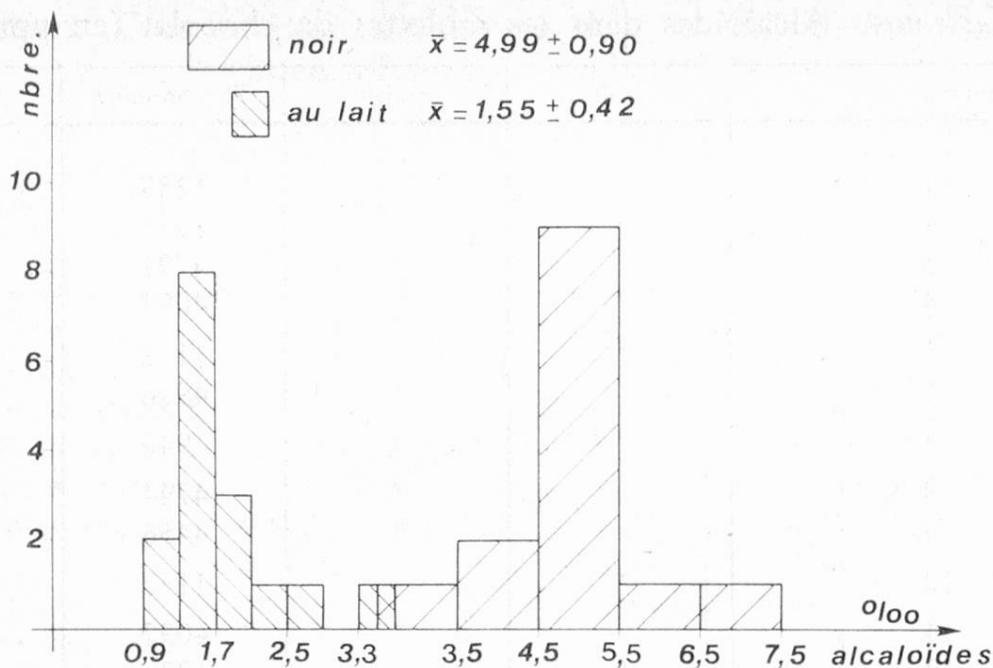


Fig. 2. Histogramme de la teneur totale en alcaloïdes de 30 tablettes de chocolat de 100 g

avec les chocolats noirs qui contiennent beaucoup de tannins, qu'avec les chocolats au lait ainsi que le confirment les mesures. La caféine est à l'origine déjà présente en partie sous forme combinée aux tannins et une hydrolyse acide en favorise l'extraction.

Puisque l'on parle de dépendance provoquée par l'absorption d'alcaloïdes, il est intéressant de comparer les quantités de méthylxanthines ingérées durant la consommation d'aliments typiques (tableau 5). Environ 0,2 g de caféine peuvent déjà influencer les fonctions psychiques (12) et une consommation normale de chocolat n'en apporte que 0,02 g. Bien que la quantité de théobromine soit 10 fois plus élevée que celle de caféine, il est admis qu'elle n'a que très peu d'influence sur le système nerveux central et agit essentiellement sur le système circulatoire (12).

Tableau 5. Dose d'alcaloïdes absorbés par la consommation d'aliments typiques

Aliments	Caféine (g)	Théobromine (g)	Théophylline (g)
50 g de chocolat noir	0,02	0,23	—
50 g de chocolat au lait	0,01	0,07	—
2 dl de café	0,2	—	—
2 dl de boisson au cola	0,02	—	—
2 dl de thé noir	0,06	—	0,01

Conclusions

Pour peu que la méthode d'extraction soit adaptée il est possible de faire un bilan de la théobromine et de la caféine transportées par les matières premières jusqu'au produit final et d'en contrôler ainsi une adjonction délictueuse. Cette éventualité est éliminée par la présente étude pour la gamme des produits mentionnés.

Remerciements

Nos remerciements sincères vont à M. Dr *U. P. Buxtorf* du laboratoire cantonal de Bâle-Ville pour le soutien apporté à ce travail ainsi qu'à la maison Frey de Buchs pour ses produits mis à notre disposition.

Résumé

L'addition de caféine ou/et de théobromine durant la fabrication de chocolat peut être contrôlée en mesurant la teneur en alcaloïdes des ingrédients et du produit fini. L'extraction doit se faire en milieu acide afin de libérer la théobromine qui se combine aux tannins durant le stockage.

Zusammenfassung

Die Bestimmung des Gehaltes an Koffein und Theobromin in Ingredienzen und Fertigprodukten ermöglicht die Feststellung, ob während der Schokoladefabrikation Alkaloide zugesetzt wurden.

Die Extraktion muß im sauren Milieu durchgeführt werden, damit das während der Lagerung an Tanninstoffe gebundene Theobromin freigesetzt wird.

Summary

The addition of caffeine and theobromine during the manufacture of chocolate may be controlled by measuring the concentration of alkaloids of the ingredients and of the final product. The extraction must be acidic so that the theobromine is released from its combination with tannins, which are produced during storage.

Bibliographie

1. *Wildanger, W.*: Beitrag zur quantitativen Bestimmung von Coffein, Theophyllin und Theobromin mit Hilfe der Hochdruck-Flüssigkeits-Chromatographie (HPLC). *Deut. Lebensm. Rundschau* **72**, 160–161 (1976).
2. *Madison, B. L., Kozarek, W. J. and Damo, C. P.*: High-pressure liquid chromatography of caffeine in coffee. *J. Assoc. Offic. Anal. Chemists* **59**, 1258–1261 (1976).
3. *Adams, R. F., Schmidt, G. and Slavin, W.*: Determination of xanthines included caffeine, in food products by high pressure liquid chromatography. *Chromatography Newsletter* **4**, 10 (1976).

4. *Kreiser, W. R. and Martin, R. A.*: High pressure liquid chromatographic determination of theobromine and caffeine in cocoa and chocolate products. *J. Assoc. Offic. Anal. Chemists* **61**, 1424–1427 (1978).
5. *Blumenthal, A., Cerny, M. und Helbling, J.*: Zur Bestimmung der fettfreien Kakaotrockenmasse in malzhaltigen Nahrungsmitteln. *Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg.* **69**, 285–291 (1978).
6. *Schweiz. Lebensmittelbuch, Methoden für die Untersuchung und Beurteilung von Lebensmitteln und Gebrauchsgegenständen, Zweiter Band, Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1980 Kapitel 36 C.*
7. *ib. Kapitel 22 C (1967).*
8. *Lecoq, R.*: Manuel d'analyses alimentaires, tome I, p. 395. Doin, Paris 1965.
9. *Asamoah, Y.*: Einfluß von Kakaobohnenreife-, Fermentationsgrad und -art auf die Zusammensetzung. Dissertation, Universität Hamburg, 1975.
10. Carrez I: 150 g $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ dans 1 litre d'eau.
Carrez II: 300 g $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ dans 1 litre d'eau.
11. *Herrmann, A.*: Schnellere und genauere Lebensmittel-Analytik mittels HPLC. Vortrag Kontron-HPLC-Symposium, Zürich 1979.
12. *Forth, W., Henschler, D. und Rummel, W.*: Allgemeine und spezielle Pharmakologie und Toxikologie, 2^{ème} édition, p. 203–204. Bibliographisches Institut – Wissenschaftsverlag, Mannheim/Zürich 1977.

Dr. A. Herrmann
 E. Lötscher
 M. Wagmann
 Laboratoire cantonal
 Case postale
 CH-4012 Bâle