ÉVOLUTION D'UN CAFÉ ARABICA TORRÉFIÉ STOCKÉ DANS QUATRE EMBALLAGES MODÈLES

Analyses sensorielles — Évolution de la fraction volatile Comparaison par rapport à un témoin Limite d'utilisation optimale

E. CROS, G. FOURNY, B. GUYOT, M. ROULY, J.-C. VINCENT

Laboratoire de chimie-technologie de l'IFCC (Montpellier) *

INTRODUCTION

Après torréfaction, le café doit être conditionné ; l'emballage utilisé par l'industriel résulte de plusieurs choix successifs guidés par les considérations suivantes :

— variété du café,
— présentation (grains, moulu),
— distribution (circuit commercial),
— conservation,
— rendement et coût.

La nature de l'emballage devrait répondre ainsi à la conservation de la qualité optimale du café jusqu'à sa consommation.

La réglementation (1) prévoit de définir la « date limite d'utilisation optimale » des denrées alimentaires préemballées autres qu'altérables. De plus, un projet de Directive de la CEE du 9 octobre 1978 (article 9) prévoit de définir la date de durabilité minimale des denrées alimentaires.

Jusqu'à présent, la législation relative à la qualité du café porte essentiellement sur l'examen physique du grain (2). Cet examen, s'il est nécessaire pour dénombrer les défauts de l'échantillon, ne renseigne pratiquement pas sur la qualité à la tasse. De plus, il n'offre aucune indication sur l'évolution du grain durant le stockage.

Au cours de ce travail, nous avons tenté de définir la durée optimale de conservation pour un café Arabica Colombie torréfié, conditionné dans quatre emballages d'étanchéité croissante.

L'étude de stockage est effectuée pendant quarante semaines.

Dans un premier temps, nous définissons un témoin représentant le café après torréfaction et nous montrons que les différences à la dégustation entre ce témoin et les échantillons sont perçues entre la sixième et la vingt-sixième semaine de stockage selon la nature de l'emballage. Nous montrons également que l'évolution de l'acidité de la boisson est une fonction de l'étanchéité de l'emballage.

Nous présentons le profil chromatographique de la fraction volatile du grain et nous montrons que son évolution au cours du temps suit une fonction exponentielle simple, pour tous les emballages.

Nous indiquons pour finir qu'il existe une relation entre l'évaluation analytique des fractions volatiles des échantillons et la perception organoleptique du caractère aromatique des boissons correspondantes.

* Avenue du Val de Monferrand, BP 5035, 34032 Montpellier Cedex.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Choix de l'échantillon

Plusieurs études conduites antérieurement nous avaient permis de constater que le café Robusta présentait une meilleure stabilité au stockage que le café Arabica. Afin de mieux dégager l'influence du stockage sur la conservation, nous avons choisi d'étudier un café Arabica. Notre choix s'est porté sur un échantillon d'Arabica de Colombie, facilement disponible sur le marché et d'une qualité constante au cours de l'année.

Choix des matériaux d'emballage

Afin de caractériser l'influence de l'emballage sur la conservation d'un même café torréfié stocké dans les mêmes conditions climatiques, c'est-à-dire l'influence de l'étanchéité et de la conservation sous vide, nous avons défini quatre emballages modèles :

— **Vrac** (V) : le café est conservé dans un récipient en verre, ouvert à l'air libre.

— **Emballage normal simulé** (ENS) : le café est conditionné sous vide immédiatement après torréfaction, puis l'emballage (même complexe métallisé que pour l'emballage sous vide) est immédiatement perforé à l'aide d'une aiguille calibrée.

— **Emballage sous vide** (ESV) : le café est conditionné sous vide en sac à valve (voir ci-dessous). Le dégazage dure quatre jours. Les pochettes sont ouvertes le cinquième jour et le café immédiatement conditionné sous vide (complexe métallisé). Une partie des paquets est surgelée (– 25 °C) pour doubler éventuellement le témoin.

— **Sac à valve** (SAV) : le café est conditionné sous vide dans une pochette (« sandwich aluminium ») munie d'une valve unidirectionnelle. Une partie de ces paquets est surgelée et constitue le témoin.

Ces quatre emballages « permettent » de dégager

— l'influence du matériau entre deux emballages étanches : SAV/ESV,

— l'influence de la conservation sous vide : ESV/ENS,

— les dates limites d'utilisation optimales : V/SAV.

Remarque. — Nous avons supposé *a priori* que les SAV devaient être le matériau le plus étanche (3) de la gamme des emballages traditionnels industriels, sous réserve que l'opération de conditionnement soit effectuée avec attention.

La qualité de l'ESV employée est supérieure à celle utilisée habituellement pour le café en grains.

Les quatre échantillons sont stockés dans un local régulièrement aéré dont la température varie entre 18 et 22 °C et l'humidité relative entre 60 et 85 %.

Choix du témoin

Déguster par rapport à un témoin implique une qualité optimale à la tasse de ce témoin. Dans un premier temps, il était donc nécessaire de déterminer l'évolution de la qualité à la tasse dans les heures qui suivent la torréfaction de l'échantillon Arabica Colombie.

Une étude précédente nous avait permis de constater qu'un café en grains, 100 % Arabica, emballé sous vide (type « mylothene metallic ») et surgelé une semaine après torréfaction présentait peu de variations pendant environ quatre mois, en particulier en ce qui concerne sa fraction volatile. Il était donc logique de supposer *a priori* qu'un échantillon d'Arabica Colombie, conditionné en SAV et surgelé au moment où sa qualité à la tasse était la meilleure, constituerait une bonne référence pour cette étude de stockage.

Dégustation, choix de la concentration

— Les dégustations faites au cours de l'étude de stockage sont conduites selon la méthode du test triangulaire (échantillon/témoin), les caractéristiques organoleptiques comparées étant l'amertume, l'acidité et l'arôme.

— L'évaluation de la qualité initiale de la boisson, ainsi que le choix de la concentration en mouture

retenu pour l'étude de stockage, sont conduits selon les critères que nous appliquons aux dégustations usuelles.

La concentration de 10 g/100 ml est bien adaptée à la caractérisation des défauts de la boisson, alors que la concentration habituellement utilisée par le consommateur varie entre 6 et 7 g/100 ml.

Or, nous savons,

— d'une part : que la boisson s'acidifie en fonction du temps de stockage de l'échantillon,

— d'autre part : que le café perd une partie importante de son arôme au cours de sa conservation.

Nous avons donc évalué la qualité initiale des boissons aux concentrations de 7, 8 et 9 % de la mouture élaborée à partir du café torréfié de l'essai témoin. L'analyse statistique du classement par rang (test de Snedecor) indique une différence significative entre (7 %) et (8 et 9 %), la boisson de concentration 7 % étant préférée aux deux autres. Nous avons cependant retenu une concentration de 8 % pour l'étude de stockage pour les raisons évoquées ci-dessus.

Analyse de la fraction volatile

La méthode utilisée, que nous avons préalablement décrite (4), consiste en une préconcentration de la fraction volatile sur un polymère absorbant hydrophobe (Tenax GC). L'analyse de cette fraction est effectuée par chromatographie en phase gazeuse et nous suivons son évolution au cours du stockage. Une partie des composés de cette fraction volatile a été identifiée par couplage chromatographie en phase gazeuse — spectrométrie de masse (GC-MS).

Acidité — effet tampon de la boisson

Nous avons suivi, en fonction du stockage, l'évolution de l'acidité et de la courbe de neutralisation de la boisson. Ceci permet de mettre en évidence l'apparition de composés à pK élevé d'origine vraisemblablement oxydative, en fonction de l'emballage.

PARTIE EXPÉRIMENTALE

Préparation des échantillons

Essai témoin

Café vert : 100 % Colombie — 265 kg.

Torréfaction : Durée de torréfaction : 9 mn 35 s.
Colorimétrie : AGTRON 46.
Teneur en eau : 4,83 %.
Courbe de torréfaction : figure 1 (p. 206)

Conditionnement :

Matériel : petite machine à sceller sous vide sans compensation de vide.

Emballage : sachets « sandwich » (polypropylène, aluminium 9 µ, polyéthylène) à valve unidirectionnelle sensible à une différence de pression de 4 à 10 cm de colonne d'eau.

Dosage : environ 210 g de café en grains par pochette.

Quantité : cinquante-six sachets.

Durée de l'opération d'emballage : 15 mn.

Surgélation de vingt et un sachets, 1 h 30 mn après torréfaction.

Etude de stockage

Café vert : 100 % Colombie — 265 kg.

Torréfaction : Durée de torréfaction : 9 mn 35 s.
Colorimétrie : AGTRON 45.
Teneur en eau : 4,80 %.
Courbe de torréfaction : figure 1 (p. 206).

Conditionnement :

a) *Vrac* (*V*)

7 kg de café sont stockés dans un récipient cylindrique en verre (dimensions : ∅ = 30 cm, H = 27 cm).

b) *Emballage normal simulé* (*ENS*)

Matériel : chaîne de conditionnement sous vide SIG VAC.

Emballage : « mylothene metallic » (feuille en polyester, 12 µ, métallisé-aluminium-sous-vide, contrecollée sur une feuille de polyéthylène 75 µ), percé après conditionnement — ∅ = 1 mm.

Dosage : environ 230 g de café en grains par paquet.

Quantité : quatre-vingts paquets.

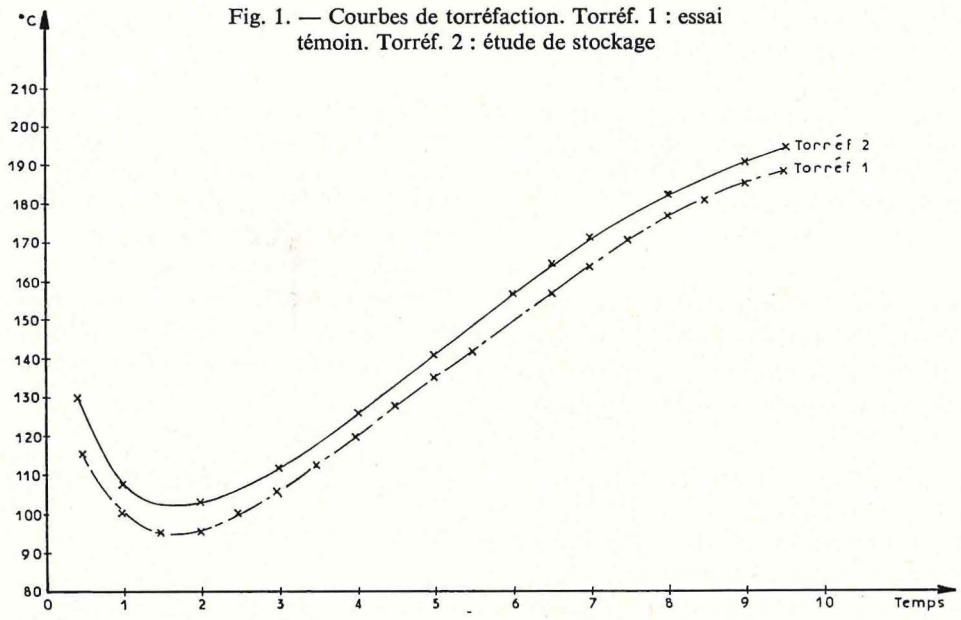


Fig. 1. — Courbes de torréfaction. Torréf. 1 : essai témoin. Torréf. 2 : étude de stockage

Durée de l'opération d'emballage : environ 10 mn.

c) *Sac à valve (SAV)*

Matériel et emballage : cf. essai témoin.

Quantité : cent quatre-vingt-dix sachets d'environ 210 g, quatre-vingts sachets d'environ 420 g réservés au dégazage pour l'emballage sous vide.

Durée de l'opération d'emballage : 3 h.

Surgélation de cent paquets, 7 h après torréfaction, constituant le témoin stockage.

d) *Emballage sous vide (ESV)*

Matériel : cf. ENS.

Emballage : après quatre jours de dégazage, les quatre-vingts sachets SAV sont ouverts et le café immédiatement conditionné dans un emballage « mylothene metallic ». Cf. ENS.

Dosage : environ 230 g de café en grains par paquet.

Quantité : cent quarante paquets.

Durée de l'opération d'emballage : 15 mn.

Surgélation de soixante paquets 7 h après torréfaction pour éventuellement doubler le témoin.

Dégustation : protocole

Les boissons sont obtenues après infusion (3 mn) de 40 g (dans le cas de l'essai témoin) ou de 32 g (dans le cas de l'étude stockage) de café moulu (moulin à meule Ditting granulométrie $\leqslant$ 0,6 mm) dans 400 ml d'eau frémissante, et filtration (papier Prat Dumas n° 3). La température de la boisson dégustée est de 52 °C.

Test triangulaire (Norme AFNOR, V09-013, décembre 1976)

Trois boissons A, B, C sont présentées ; onze dégustateurs répondent obligatoirement aux questions suivantes :

1) Quel est l'échantillon unique ?
2) Quel(s) est (sont) l'(les) échantillon(s) le(s) plus
   acide(s) ?
   amer(s) ?
   aromatique(s) ?
3) Le(s)quel(s) préférez-vous ?

A la première question, nous fixons un seuil d'acceptation $\alpha = 0{,}05$ ($P \geqslant 95$ %). De plus, nous ne prenons en compte qu'une série de points successifs significatifs. Ceci permet de dégager l'effet de vieillissement dû au stockage et non de caractériser un défaut de l'emballage ou du café.

Les questions 2) et 3) sont analysées comme un test par paire ($\alpha = 0{,}10 \Leftrightarrow P \geqslant 90$ %) parmi les réponses exactes à la première question. Les caractéristiques organoleptiques ne sont acceptées comme significativement différentes qu'à partir du moment où l'échantillon est jugé significativement différent du témoin.

Dégustation usuelle

Chaque dégustateur apprécie les différentes caractéristiques organoleptiques fondamentales et particulières de la boisson et leur attribue une note de synthèse (tableau I).

Dans le cas de la comparaison de trois boissons à différentes concentrations de mouture, nous effectuons l'analyse statistique sur le classement par rang des échantillons.

Les notes de synthèse sont dans un premier temps transformées en rangs (1 à l'échantillon le mieux classé, 2 à l'échantillon suivant...), eux-mêmes transformés (table de Fisher-Yates) en une distribution normale de moyenne nulle et de variance unitaire. Nous effectuons sur l'ensemble de ces données le test de Snedecor afin de distinguer si les moyennes des populations sont significativement différentes. Dans l'hypothèse d'inégalité des moyennes, le test de Newman et Keuls indique la « significativité » de différences entre les valeurs de ces moyennes.

Espace de tête

Extraction

100 g de café sont surgelés 24 h avant broyage (granulométrie $\leqslant$ 0,6 mm). 5 g de mouture placés dans un flacon thermostaté (65 °C) sont balayés par un courant d'azote (30 ml/mn). La fraction volatile, adsorbée sur 300 mg de Tenax est ensuite désorbée par chauffage ($\simeq$ 270 °C) et récupérée dans un piège (– 70 °C). L'injection en tête de colonne (diviseur d'entrée 2 ml/60 ml) s'effectue par chauffage très rapide ($\simeq$ 250 °C en 7 s) de ce piège.

Analyse chromatographique

Etude de stockage

— Chromatographe INTERSMAT IGC 16, détecteur à ionisation de flamme.

— Colonne capillaire WCOT Carbowax 20 M, longueur 50 m, diamètre intérieur 0,5 mm.

— Température injecteur : 200 °C
détecteur : 180 °C
colonne :
10 mn à 50 °C
programmation 2 °C/mn jusqu'à 160 °C.

— Enregistreur intégrateur Hewlett-Packard HP 3385.

Couplage chromatographie phase gazeuse-spectrométrie de masse

Le même système « extraction-injection » a été utilisé pour l'identification des composés de la fraction volatile :

— chromatographe Girdel

— Colonne capillaire 1 : SCOT carbowax 20 M, 50 m, ∅ 0,5 mm

— Colonne capillaire 2 : WCOT carbowax 20 M, 50 m, ∅ 0,5 mm

— température : idem étude de stockage.

TABLEAU I

Notes attribuées à l'évaluation du corps, de l'acidité et de l'amertume des boissons		Note de synthèse	
0 Absence	3 Net	1 T B tasse	5 tasse - qu'acceptable
1 Très faible	4 Fort	2 B tasse	6 M tasse
2 Faible	5 Très fort	3 tasse + qu'acceptable	7 T M tasse
		4 tasse acceptable	8 Inconsommable

— détecteur : spectromètre de masse
Riber R 10-10
— système informatique Sidar (25.000 spectres)
— Mode ionisation : impact électronique (70 eV)
— Gamme de masse balayée :
colonne 1 : 30-400
colonne 2 : 25-350 (sauf m/e = 28 ; 32).

Acidité de la boisson

— pHmètre Tacussel Minisis 5000, électrode combinée,
— neutralisation de 50 ml de boisson (température 22 °C) par une solution de soude N/10.

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Essai témoin

Evolution de la qualité à la tasse après torréfaction

Nous avons comparé (test triangulaire) un échantillon conditionné en SAV et stocké à température ambiante (E) et le même échantillon surgelé 1 h 30 après torréfaction (R). Les résultats obtenus sont indiqués dans le tableau II.

Nous constatons que les échantillons E et R sont jugés significativement différents un jour après torréfaction. Ces résultats confirment que le café en grains évolue dans les heures qui suivent sa torréfaction et qu'il n'est donc pas matériellement possible à l'industriel de fournir, au consommateur, un produit dont les qualités sont identiques à celles du « café frais ». Ce qui ne signifie surtout pas, par exemple, dans notre cas, qu'un échantillon stocké 24 h soit devenu inconsommable, mais simplement qu'il est différent de notre référence.

Choix d'un témoin pour l'étude du stockage

La date de durabilité minimale du café est la date jusqu'à laquelle ce café conserve ses propriétés spécifiques. Il reste alors à définir quelles sont les propriétés spécifiques relatives à chaque échantillon. En effet, nous savons que les échantillons d'un même lot de café sont différents selon qu'ils sont prélevés juste après torréfaction, en début ou en fin de dégazage.

Nous pourrions donc définir plusieurs « témoins vrais » pour une étude de stockage selon le but recherché.

Nous avons choisi, dans notre cas, de surgeler un échantillon emballé en SAV après torréfaction et stocké 7 h à température ambiante, période pendant laquelle le café évolue, mais n'est pas jugé statistiquement différent de l'échantillon fraîchement torréfié. Ce café témoin (T) est également représentatif d'une journée de production.

Choix de la concentration pour l'étude de stockage

Nous dégustons trois boissons aux concentrations de 7, 8 et 9 % de mouture. Le classement par rang obtenu à partir de neuf dégustateurs indique une différence entre les moyennes.

Le test de Snedecor donne $F_{calculée} = 3{,}67$ pour une valeur $F_{théorique} = 3{,}48$.

Le test de Newman et Keuls permet de classer les échantillons :

$$\overline{7\ \%} > \overline{8\ \%,\ 9\ \%}$$

c'est-à-dire qu'il n'y a pas de différence significative (au seuil de $\alpha = 0{,}05 \Leftrightarrow P = 95\ \%$) entre les deux boissons aux concentrations de 8 et 9 % de mouture, mais que toutes deux sont significativement différentes de la boisson à 7 % de mouture.

TABLEAU II

Différence significative E/R
S = significatif (P ≥ 95 %)

t	4h30	7h	24 h	31 h	48 h	56 h	5 j	6 j	7 j	8 j	12 j	13 j	14 j	15 j	16 j
Dif E/R	-	-	S	S	S	S	S	-	S	S	-	-	S	-	S

Étude de stockage

Dégustation

Appréciation générale de l'échantillon

Le tableau III indique les résultats obtenus sur quatorze observations effectuées 24 h après torréfaction (concentration 10 % de mouture).

Nous constatons que l'échantillon est bien apprécié et présente des qualités organoleptiques bien équilibrées.

Stockage

Nous avons comparé (test triangulaire) au cours du stockage les quatre échantillons (V, ENS, ESV, SAV) au témoin (T). Les résultats sont indiqués dans les tableaux IV, V, VI et VII. La figure 2 regroupe ces différents résultats (p. 210).

TABLEAU III

	Corps et force	Acidité	Amertume	Synthèse
Moyenne des observations	2,85	2,64	2,43	2,71
Variance	0,12	0,23	0,24	0,27

TABLEAU IV

Différences significatives obtenues à la dégustation : V/T

t(jour)	1	6	8	12	19	26	33	40	47	54	61	68	75	82	89	96	124
Dif sign.	S	-	-	-	-	-	-	S	S	S	-	-	S	S	-	S	S
Ech. préféré	T	-	T	-	-	-	-	T	-	-	-	-	-	T	T	T	T
+ arom.	-	-	T	-	-	-	-	T	T	-	T	-	-	T	T	T	T
+ acide	-	-	-	-	-	-	-	V	-	T	-	-	V	V	-	V	V
+ amer	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

TABLEAU V

Différences significatives obtenues à la dégustation : ENS/T

t(jour)	6	12	26	40	54	68	82	96	110	124	138	152	166	180
Dif sign.	-	-	-	-	S	-	-	-	-	-	S	S	S	S
Ech. préféré	-	-	-	-	-	T	T		T	T	T		T	T
+ arom.	-	-	-	ENS	T	T	T	T	T	-	T	T	-	-
+ acide								ENS	-	ENS	ENS	ENS	-	-
+ amer	-	-	-	T	-	-	-	ENS	-	ENS	-	-	ENS	ENS

TABLEAU VI

Différences significatives obtenues à la dégustation : ESV/T

t(jour)	6	12	26	40	54	68	82	96	110	124	138	152	166	180	194	208	222	236
Dif sign.	-	-	-	-	-	-	-	-	S	-	S	-	-	S	S	S	S	S
Ech. préféré	-	-	-	-	-	-	-	-	-	T	T	-	T	-	-	T	-	-
+ arom.	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	T	T	-	T	T	-
+ acide	-	-	-	-	-	-	-	-	-	ESV	ESV	-	ESV	ESV	-	ESV	ESV	ESV
+ amer.	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	T	-	-	-	-	-

TABLEAU VII

Différences significatives obtenues à la dégustation : SAV/T

t(jour)	6	12	26	40	54	68	82	96	110	124	138	152	166	180	194	208	222	236	250	264	278
Dif sign.	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	S	-	-	S	-	S	S	-	-	S	S
Ech. préféré	-	-	-	-	-	-	-	-	T	-	-	-	-	-	-	-	T	T	-	-	-
+ arom.	-	-	-	-	-	-	-	-	T	-	-	-	-	-	-	T	T	T	-	-	-
+ acide	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	SAV	-	SAV	-	-	-
+ amer	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	SAV	-	-	-	-

Nous constatons que :

a) les différences significatives entre le témoin et les quatre emballages sont perçues entre 40 et 180 jours, soit entre la sixième et la vingt-sixième semaine.

b) le témoin est préféré à partir de la douzième semaine pour l'emballage le moins étanche et à partir de la trente-deuxième semaine pour le plus étanche.

c) la différence d'acidité entre échantillons et témoin est perçue entre la onzième et la trentième semaine.

d) les boissons sont jugées moins aromatiques que le témoin en fonction de l'étanchéité des emballages.

e) nous ne distinguons pas de différence d'amertume entre les quatre échantillons et le témoin.

f) la présence d'un emballage (ENS/V) retarde d'une façon importante la perception des différences par rapport au témoin.

L'examen des caractéristiques organoleptiques de la boisson nous permet donc de classer effectivement les échantillons par ordre croissant d'étanchéité des emballages :

V - ENS - ESV - SAV

Dans notre cas, la durée optimale de conservation pour un café 100 % Arabica Colombie est donc comprise entre six et vingt-six semaines ; tous les emballages de type industriel se situent théoriquement à l'intérieur de cet intervalle de temps, de par le choix des emballages modèles (cf. « Choix des matériaux d'emballages », remarque). Il ne faut cependant pas oublier que le témoin était surgelé 7 h après torréfaction, alors que dans le cas de l'essai témoin — où nous pourrions définir la durée optimale de conservation comme étant comprise entre 0 et 24 h — le café de référence était surgelé 1 h 30 après torréfaction.

Nous pouvons remarquer que l'intervalle de temps ENS/T-ESV/T, où sont perçues des différences d'acidité, est identique à celui où sont perçues les différences du caractère aromatique. De même l'intervalle de temps ESV/T-SAV/T, relatif à la perception du caractère acide, est identique à celui relatif au caractère aromatique.

Nous déduisons en ce qui concerne les boissons :
— qu'un emballage très étanche favorise la rétention du caractère aromatique et prévient l'acidification,
— que la perméabilité croissante des emballages à l'oxygène a une influence comparable sur l'acidification et la diminution du caractère aromatique de la boisson.

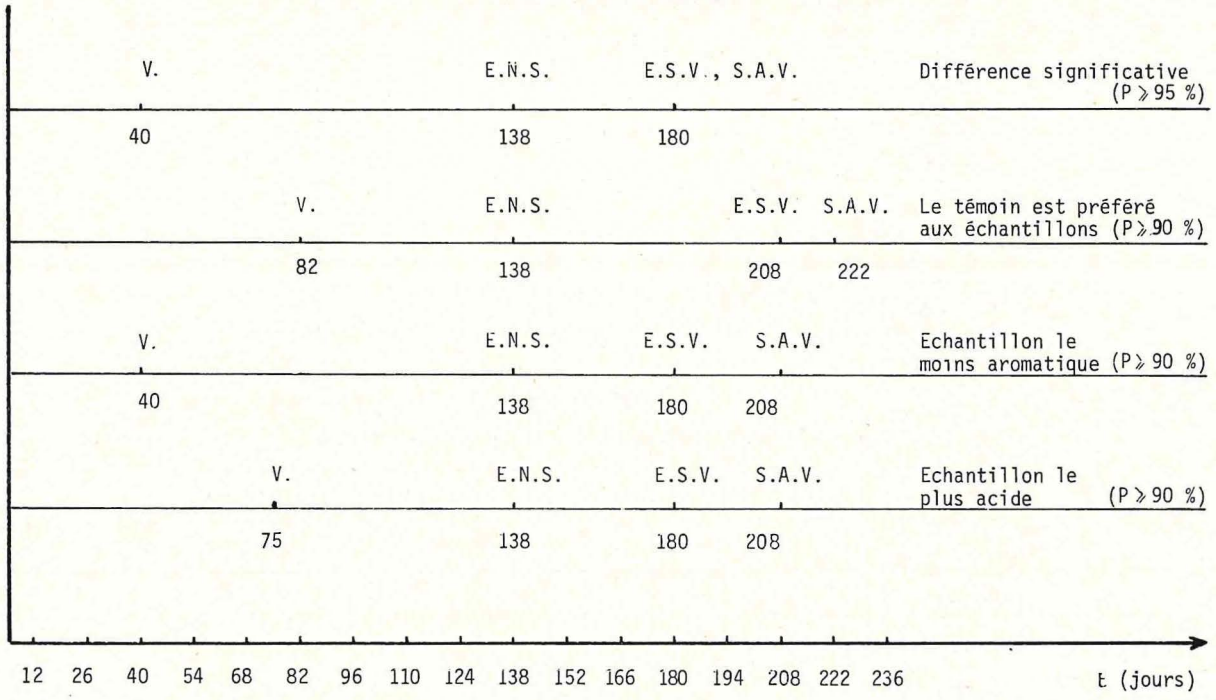


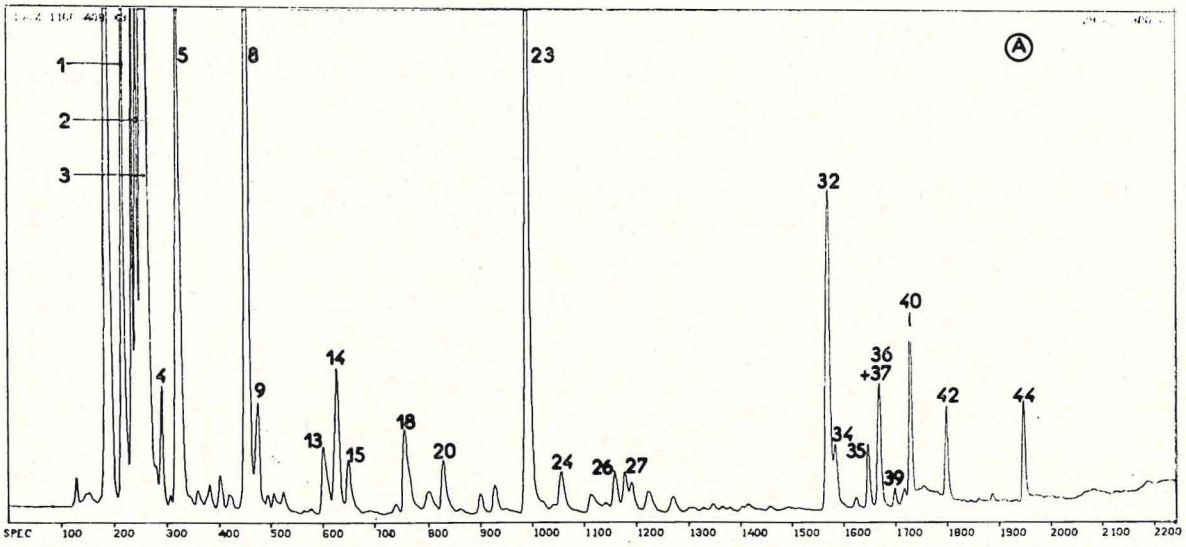
Fig. 2. — Analyse sensorielle. Récapitulatif des tableaux IV, V, VI et VII

Espace de tête

Identification des composés volatils

Le couplage GC-MS a permis d'identifier les composés suivants :

1 - Méthyl-2-furanne
2 - Butanone-2
3 - Méthyl-2-butanal
4 - Diméthyl-2,5-furanne
5 - Butanedione
6 - Toluène
7 - Pyrolidine
8 - Pentanedione-2,3
9 - Disulfure de diméthyl
10 - Méthyl-2-thiophène
11 - Méthyl-2-butène-2-al
12 - Diméthyl-1,3-benzène
13 - Méthyl-4-pentanedione-2,3
14 - N-méthyl pyrrole
15 - Méthyl-3-hydroxy-1-benzène
16 - Octène-1-ol-3
17 - Ethyl-1-pyrrole
18 - Pyridine
19 - Méthyl-5-hexène-3-one-2
20 - Pyrazine
21 - Furfuryl méthyl éther



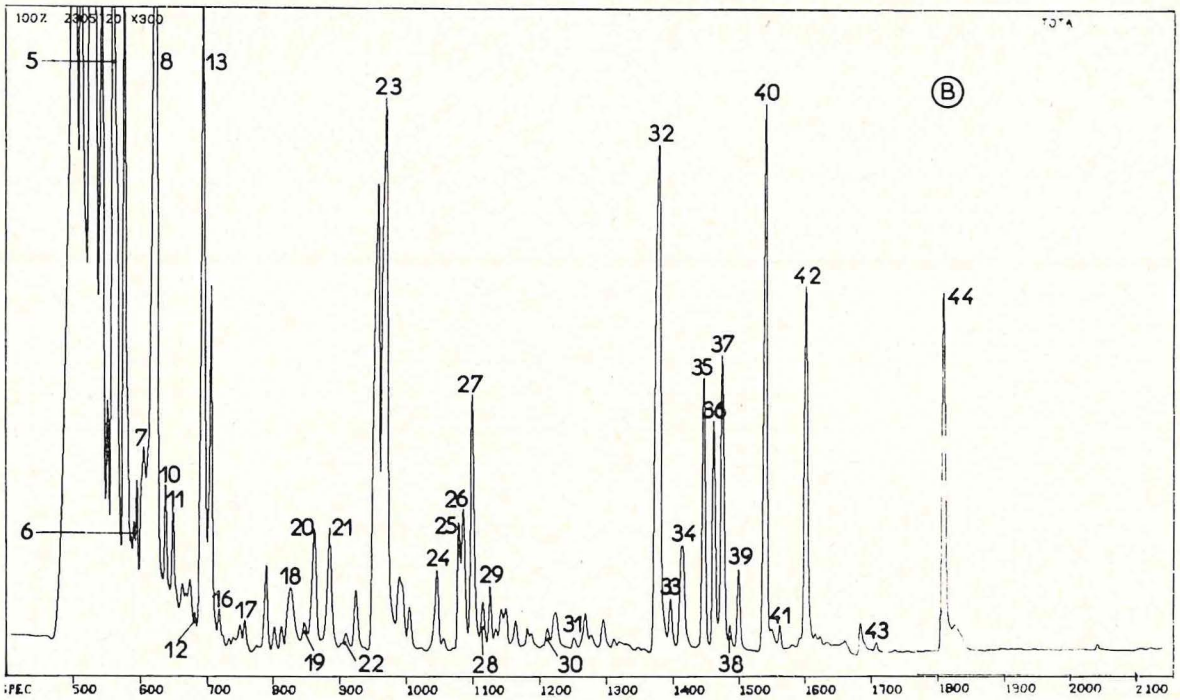


Fig. 3. — GC-MS : courant ionique total
A : colonne 2 B : colonne 1

22 - Acétate de cyclopentyle
23 - Méthyl-2-pyrazine
24 - Butanol-2-one-3
25 - Propanol-1-one-2
26 - Diméthyl-2,5-pyrazine
27 - Diméthyl-2,6-pyrazine
28 - Méthyl-3-butène-2-ol-1
29 - 2, 3, 4 trithiapentane (Méthyl trisulfide)
30 - Ethyl-2-méthyl-6-pyrazine
31 - Ethyl-2-méthyl-3-pyrazine
32 - Furfuraldéhyde
33 - Sulfure de furfuryle-méthyle
34 - Acétate d'éthylène (diacétate de l'éthylène-glycol)
35 - Formiate de furfuryle
36 - Acétyl-2-furanne
37 - Pyrrole
38 - Méthyl-2-tétrahydrothiophénone-3
39 - (Furyl-2)-1-propanone-2
40 - Acétate de furfuryle
41 - Méthyl-2-pyrrole
42 - Méthyl-5-furfuraldéhyde
43 - γ-butyrolactone
44 - Alcool furfurylique

TABLEAU VIII

Evolution de la fraction volatile de V (valeurs mesurées)

t j.	Σ S	Fraction I		Fraction II		Fraction III	
		S	%	S	%	S	%
0	88,24	64,48	73,0	12,32	14,0	11,44	13,0
6	79,85	55,62	69,6	12,52	15,7	11,71	14,7
12	65,58	44,34	67,6	10,90	16,6	10,32	15,7
19	55,23	37,24	67,4	9,77	17,7	8,22	14,9
26	36,32	21,39	58,9	7,03	19,3	7,90	21,7
33	40,44	24,02	59,4	8,82	21,8	7,60	18,8
47	25,87	16,11	62,3	4,24	16,4	5,52	21,3
61	22,48	13,54	60,2	5,47	24,3	3,47	15,4
75	26,32	10,08	38,3	7,00	26,6	9,24	31,1
117	11,18	5,95	53,2	2,35	21,0	2,88	25,8
131	8,59	4,17	48,5	2,04	23,7	2,38	27,7
159	7,48	3,34	44,6	1,91	25,5	2,23	29,8
215	5,25	3,13	59,6	0,87	16,6	1,25	23,8
229	5,07	1,73	34,1	1,68	33,1	1,66	32,7
257	2,46	0,24	9,8	0,99	40,2	1,23	50,0

TABLEAU IX

Evolution de la fraction volatile de ENS (valeurs mesurées)

t j.	Σ S	Fraction II		Fraction II		Fraction III	
		S	%	S	%	S	%
0	88,24	64,48	73,0	12,32	14,0	11,44	13,0
19	78,33	57,48	73,4	11,71	14,9	9,14	11,7
33	54,96	39,05	71,0	8,76	15,9	7,15	13,0
47	71,63	53,09	74,1	10,90	15,2	7,64	10,7
61	74,06	53,97	75,6	11,20	15,1	6,89	9,30
89	43,68	27,76	70,7	9,09	16,4	6,83	13,1
103	25,93	15,90	61,3	5,66	21,8	4,37	16,8
117	30,26	18,64	61,6	6,91	22,8	4,71	15,5
131	25,74	16,18	62,8	5,75	22,3	3,81	14,8
145	30,82	20,87	67,7	6,06	19,7	3,89	12,6
159	24,43	13,30	54,4	6,17	25,2	4,96	20,3
173	19,04	10,22	53,7	4,82	25,3	4,00	21,0
215	9,68	5,75	59,4	2,14	22,1	1,79	18,5
229	11,92	6,29	52,8	2,90	24,3	2,73	22,9
285	8,79	4,82	54,8	2,47	28,1	1,50	17,1

TABLEAU X

Evolution de la fraction volatile de ESV (valeurs mesurées)

t j.	Σ S	Fraction I		Fraction II		Fraction III	
		S	%	S	%	S	%
0	88,24	64,48	73,0	12,32	14,0	11,44	13,0
19	76,0	55,34	72,8	11,80	15,5	8,86	11,7
33	59,54	44,51	74,7	8,80	14,8	6,23	10,5
61	45,96	31,01	67,5	8,72	19,0	6,23	13,5
75	78,72	55,91	71,0	12,43	15,8	10,38	13,2
89	46,52	29,66	63,7	9,05	19,5	7,81	16,8
103	35,89	25,38	70,7	6,27	17,5	4,24	11,8
117	33,66	22,27	66,2	6,79	20,2	4,60	13,7
145	21,49	13,59	63,2	4,46	20,7	3,44	16,0
159	26,79	19,03	71,0	4,39	16,4	3,37	12,6
173	25,19	17,76	70,5	4,07	16,2	3,36	13,3
215	15,89	10,77	67,8	2,71	17,0	2,41	15,2
229	19,65	13,26	67,5	3,36	17,1	3,03	15,4
257	17,33	10,92	63,0	3,51	20,2	2,90	16,7

TABLEAU XI

Evolution de la fraction volatile de SAV (valeurs mesurées)

t j.	Σ S	Fraction I		Fraction II		Fraction III	
		S	%	S	%	S	%
0	88,24	64,48	73,0	12,32	14,0	11,44	13,0
19	107,48	83,68	77,8	14,18	13,2	9,62	8,9
33	68,20	50,19	73,6	10,24	15,0	7,77	11,4
61	55,69	41,65	74,7	8,14	14,6	5,92	10,6
75	44,11	27,98	63,4	8,09	18,3	8,04	18,2
89	55,29	37,07	67,0	9,69	17,5	8,53	15,4
103	28,07	20,03	71,4	4,66	16,6	3,38	12,0
117	41,32	29,90	72,4	6,80	16,4	4,62	11,2
131	28,57	22,61	79,1	3,42	12,0	2,54	8,9
145	20,87	14,82	71,0	3,20	15,3	2,85	13,7
159	31,26	24,58	78,6	3,83	12,2	2,85	9,1
173	27,99	22,05	78,8	3,22	11,5	2,72	9,7
215	31,94	27,16	85,0	2,63	8,2	2,15	6,7
229	29,69	22,69	76,4	4,09	13,8	2,91	9,80
257	21,12	15,87	75,1	3,32	15,7	1,93	9,10

Les chromatogrammes du courant ionique total sont représentés sur la figure 3 (p. 211).

Les spectres de masse ont été comparés d'une part aux 25.000 spectres de la bibliothèque du système informatique, et d'autre part aux spectres figurant dans les recueils de Cornu et Massot (5), de Mac Lafferty (6) et du Mass Spectrometry Data Centre (7).

Le composé 29 (2, 3, 4-trithiapentane) n'a, à notre connaissance, pas encore été identifié dans l'arôme du café torréfié.

m/e : 126 (100) ; 45 (39) ; 79 (38) ; 47 (31) ; 64 (21) ; 46 (17) ; 111 (15) ; 80 (11) ; 128 (13) ;
Remarque : m/e : 127 (4,4) ; m/e : 128 (13).

L'identification proposée pour ces quarante-quatre composés, compte tenu des nombreuses possibilités d'isomérie, demanderait à être confirmée dans quelques cas avec les produits de référence.

Stockage

Nous avons suivi, au cours du stockage, l'évolution de la fraction volatile des échantillons. Les chromatogrammes obtenus dans les conditions de l'essai ont le profil indiqué sur la figure 4. Les composés ou groupes de composés volatils, dont nous étudions la variation, sont repérés par les nombres de 1 à 10. De 1 à 10, nous passons des composés les plus volatils aux moins volatils.

Afin de simplifier l'étude du phénomène, nous avons groupé les dix composés en fonction de leur rétention, puis étudié la variation des trois fractions suivantes :

— fraction I : pics 1, 2, 3 (dérivés cétoniques),
— fraction II : pics 4, 5, 6 (composés azotés : pyrrole, pyrazines),
— fraction III : pics 7, 8, 9, 10 (dérivés furanniques).

Les résultats sont exprimés d'une part en unité arbitraire d'aire, d'autre part en pourcentage relatif (tableaux VIII, IX, X, XI, p. 212).

La figure 5 (p. 214,) représente l'évolution des aires des différentes fractions I, II, III et de l'aire totale de ces trois fractions. Pour tracer ces courbes, nous avons calculé d'après les points observés les équations des surfaces des aires. Chaque courbe passe par le point ($t = 0$, $Y = Y_0$) ; Y_0 est déterminé par la mesure :

$$(Y_0^{\Sigma} = 88{,}24 \; ; \quad Y_0^{I} = 64{,}48 \; ; \quad Y_0^{II} = 12{,}32 \; ; \quad Y_0^{III} = 11{,}44),$$

effectuée sur le café sortant du torréfacteur.

Les équations obtenues sont du type :

$$Y = a\,e^{-bt} + c \qquad (t \text{ en jours}).$$

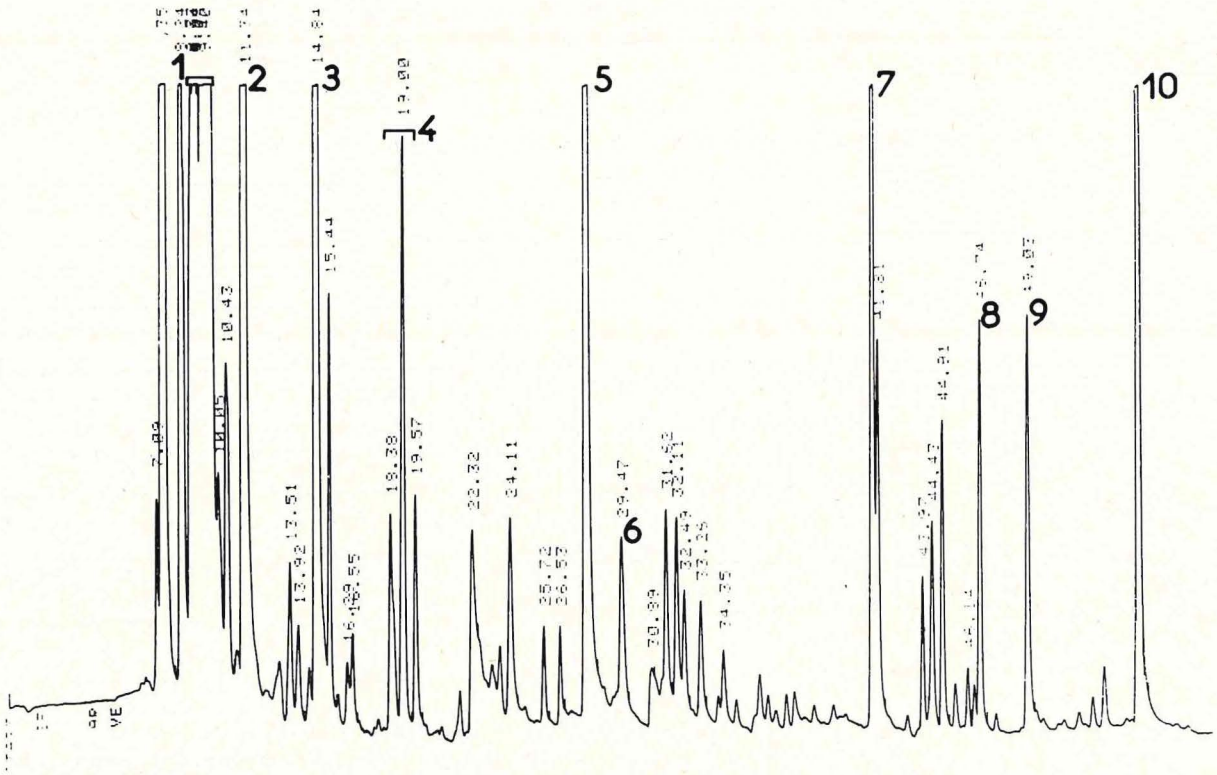


Fig. 4. — Espace de tête de l'échantillon Arabica Colombie après torréfaction

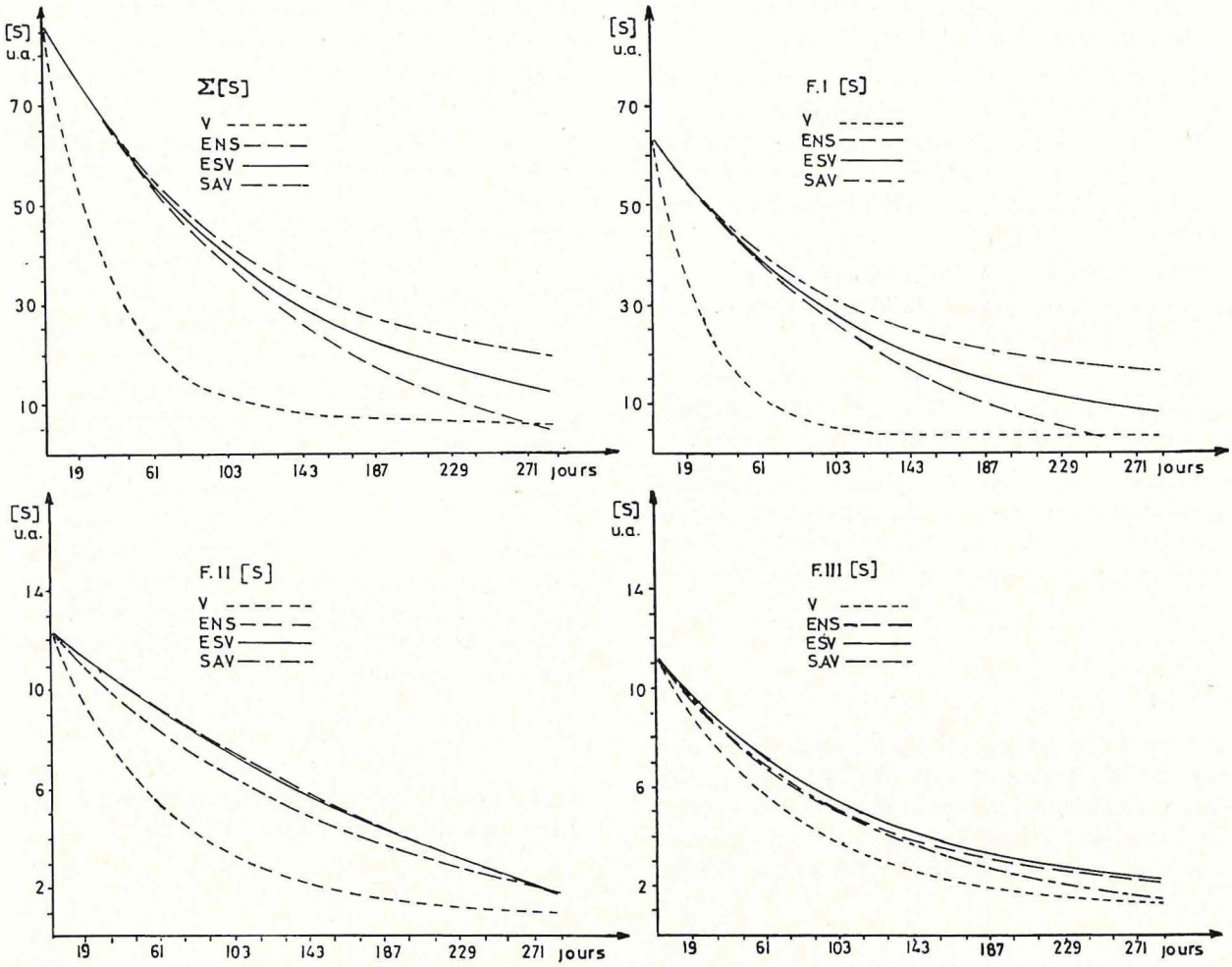


Fig. 5. — Evolution de l'aire totale et des aires des fractions I, II, III au cours du stockage (valeurs calculées)

TABLEAU XII

Valeur des coefficients a, b, c, des courbes de décroissance des fractions volatiles $Y = a\,e^{-bt} + c$

	Somme total des aires (u.a.) Σ s				Aire de la fraction I (u.a.)				Aire de la fraction II (u.a.)				Aire de la fraction III (u.a.)			
	V.	E.N.S	E.S.V..	S.A.V	V.	E.N.S	E.S.V..	S.A.V	V.	E.N.S	E.S.V.	S.A.V	V.	E.N.S	E.S.V.	S.A.V
a	82,03	96,69	84,62	73,31	61,45	72,43	61,23	50,74	11,50	19,50	17,58	12,77	10,48	9,908	9,939	10,98
-2 b.10	2,764	0,6995	0,8027	0,9591	3,356	0,7359	0,8838	1,0565	1,500	0,2791	0,3263	0,6022	1,320	0,9986	0,911	0,8559
c	6,208	-8,446	3,621	14,93	3,030	-7,948	3,246	13,74	0,8202	-7,181	-5,257	-0,4468	0,956	1,552	1,501	0,4555
R	0,97	0,88	0,80	0,77	0,98	0,86	0,80	0,70	0,92	0,87	0,80	0,79	0,84	0,87	0,79	0,79
F	13/11 27,6	13/11 7,06	12/10 4,08	13/11 3,62	13/11 38,7	13/11 5,83	12/10 4,22	13/11 2,83	13/11 10,15	13/11 6,84	12/10 4,10	13/11 3,99	13/11 5,92	13/11 6,73	12/10 2,16	13/11 4,10
soit au seuil de	1 ‰	1 %	5 %	5 %	1 ‰	1 %	5 %	5 %	1 ‰	1 %	5 %	5 %	1 %	1 %	13 %	5 %

$$R = \text{rapport de corrélation} = \frac{\text{variance des points observés par rapport à la moyenne des points observés}}{\text{variance des points de la courbe par rapport à la moyenne des points de la courbe}}$$

$$F\ \text{Snedecor} = \frac{\text{variance des points observés par rapport à la moyenne des points observés}}{\text{variance des points observés par rapport aux points correspondant sur la courbe}}$$

Les valeurs a, b, et c sont indiquées dans le tableau XII. Le rapport de corrélation indique le pourcentage de points expliqué par la courbe à un seuil de probabilité donné par la valeur F calculée. Par exemple, l'équation représentant la décroissance de l'aire totale de V :

$$Y = 82{,}03\, e^{-0{,}027.64t} + 6{,}208$$

explique 97 % des points mesurés au seuil de probabilité de 99,9 %. Les résultats (fig. 5) montrent une grande différence entre le café V et les cafés emballés dans les premiers mois qui suivent la torréfaction.

Les valeurs calculées des différentes fractions volatiles sont indiquées dans les tableaux XIII, XIV, XV et XVI.

TABLEAU XIII

Evolution de la fraction volatile de V (valeurs calculées)

t	Σ S	Fraction I		Fraction II		Fraction III	
		S	%	S	%	S	%
6	75,70	53,27	70,8	11,33	15,06	10,64	14,14
12	65,08	44,11	68,46	10,42	16,17	9,90	15,36
19	54,72	35,50	65,64	9,47	17,51	9,11	16,84
26	46,19	28,70	62,81	8,60	18,82	8,39	18,36
33	39,15	23,32	59,96	7,83	20,13	7,74	19,90
47	28,58	15,71	54,15	6,50	22,57	6,59	22,88
61	21,40	10,96	49,77	5,42	24,61	5,64	25,61
75	16,52	7,99	45,94	4,55	26,16	4,85	27,89
89	13,21	6,13	43,29	3,84	27,12	4,19	29,59
103	10,97	4,97	41,80	3,27	27,50	3,65	30,70
117	9,44	4,24	41,40	2,81	27,44	3,19	31,15
131	8,40	3,78	41,86	2,43	26,91	2,82	31,23
145	7,70	3,50	43,10	2,12	26,11	2,50	30,79
159	7,20	3,32	44,6	1,88	25,27	2,24	30,11
173	6,89	3,21	46,45	1,68	24,30	2,02	29,23
215	6,42	3,07	51,85	1,28	21,62	1,57	26,52
229	6,35	3,06	53,59	1,19	20,84	1,46	25,57
257	6,27	3,04	56,19	1,06	19,59	1,31	24,21
285	6,24	3,03	58,16	0,98	18,81	1,20	23,03

TABLEAU XIV

Evolution de la fraction volatile de ENS (valeurs calculées)

t	Σ S	Fraction I		Fraction II		Fraction III	
		S	%	S	%	S	%
6	84,26	61,35	72,85	12,00	14,25	10,86	12,89
12	80,45	58,36	72,63	11,67	14,52	10,32	12,84
19	76,2	55,03	72,34	11,31	14,87	9,73	12,79
26	72,16	51,87	72,05	10,95	15,21	9,17	12,74
33	68,31	48,86	71,74	10,60	15,56	8,65	12,70
47	61,15	43,30	71,04	9,92	16,27	7,73	12,68
61	54,65	38,28	70,27	9,27	17,02	6,92	12,70
75	48,77	33,76	69,44	8,64	17,77	6,22	12,79
89	43,33	29,67	68,52	8,03	18,54	5,60	12,93
103	38,59	25,99	67,50	7,44	19,32	5,07	13,17
117	54,20	22,67	66,36	6,88	20,14	4,61	13,49
131	30,22	19,67	65,07	6,35	21,00	4,21	13,93
145	26,61	16,97	63,65	5,83	21,87	3,86	14,48
159	23,34	14,55	62,07	5,33	22,77	3,55	15,16
173	20,58	12,33	60,23	4,85	23,69	3,29	16,07
215	13,04	6,94	52,77	3,52	26,77	2,68	20,45
229	11,03	5,48	49,24	3,11	27,84	2,54	22,82
257	7,57	2,98	59,16	2,34	30,75	2,29	30,09
285	4,72	0,94	20,13	1,62	34,69	2,11	45,18

TABLEAU XV

Evolution de la fraction volatile de ESV (valeurs calculées)

t	Σ S	Fraction I		Fraction II		Fraction III	
		S	%	S	%	S	%
6	84,26	61,32	72,82	11,98	14,23	10,91	12,95
12	80,47	58,32	72,56	11,64	14,48	10,41	12,95
19	76,30	55,01	72,25	11,26	14,79	9,86	12,95
26	71,30	51,91	71,95	10,89	15,09	9,34	12,95
33	68,55	48,98	71,65	10,52	15,39	8,86	12,95
47	61,65	43,66	71,04	9,82	14,98	7,98	12,98
61	55,48	38,96	70,44	9,15	16,54	7,20	13,02
75	49,97	34,80	69,85	8,50	17,06	6,52	13,09
89	45,04	31,13	69,27	7,89	17,55	5,92	13,17
103	40,64	27,88	68,72	7,30	17,99	5,39	13,18
117	36,70	25,02	68,21	6,74	18,37	4,92	13,41
131	33,19	22,48	67,71	6,21	18,70	4,51	13,58
145	30,04	20,24	67,29	5,69	18,91	4,15	13,80
159	27,23	18,27	66,92	5,20	19,04	3,83	14,03
173	24,72	16,52	66,58	4,74	19,10	3,55	14,31
215	18,68	12,40	66,00	3,46	18,44	2,90	15,45
229	17,08	11,34	66,16	3,07	17,91	2,73	15,83
257	14,37	9,56	66,57	2,34	16,19	2,46	17,13
285	12,21	8,18	67,60	1,68	13,08	2,24	18,51

TABLEAU XVI

Evolution de la fraction volatile de SAV (valeurs calculées)

t	Σ S	Fraction I		Fraction II		Fraction III	
		S	%	S	%	S	%
6	84,14	61,36	72,94	11,87	14,11	10,89	12,94
12	80,27	58,44	72,83	11,43	14,24	10,37	12,92
19	76,03	55,25	72,71	10,94	14,40	9,79	12,88
26	72,06	52,29	72,61	10,47	14,54	9,25	12,84
33	68,35	49,54	72,53	10,02	14,67	8,74	12,80
47	61,38	44,62	72,45	9,17	14,89	7,80	12,66
61	55,77	40,37	72,44	8,39	15,05	6,97	12,51
75	50,64	36,71	72,50	7,68	15,17	6,24	12,32
89	46,15	33,55	72,70	7,02	15,21	5,58	12,09
103	42,23	30,83	72,97	6,42	15,19	5,00	11,83
117	38,80	28,48	73,34	5,86	15,09	4,49	11,56
131	35,80	26,47	73,83	5,35	14,92	4,03	11,24
145	33,17	24,71	74,38	4,88	14,69	3,63	10,93
159	30,88	23,20	75,03	4,45	14,39	3,27	10,57
173	28,88	21,90	75,75	4,06	14,04	2,95	10,20
215	24,25	18,98	78,33	3,05	12,59	2,20	9,08
229	23,08	18,25	79,28	2,77	12,03	2,00	8,69
257	21,16	17,10	81,27	2,27	10,79	1,67	7,94
285	19,69	16,24	83,88	1,85	9,49	1,41	7,23

Variation des aires des fractions I, II, III et de la somme totale des aires

Perte relative de chaque fraction volatile

Nous étudions pour chaque fraction les pertes en pourcentage en fonction du temps de stockage, par rapport à leur valeur initiale.

1) Variation (%) de la somme totale des aires des pics (1 à 10 : Σ [S]).

t(j)	12	33	61	89	117	159	215	257
V.	26,2	55,6	75,7	85,0	88,2	91,8	92,7	92,9
E.N.S	8,8	22,6	38,0	50,8	61,2	73,5	85,2	91,4
E.S.V.	8,8	22,3	37,1	48,9	58,4	69,1	78,8	83,7
S.A.V	9,0	22,5	36,8	47,7	56,0	65,0	72,5	76,0

Nous constatons une forte décroissance de l'échantillon V qui perd 75 % de sa fraction volatile totale en deux mois, contre environ 37 % pour les trois autres échantillons.

Les emballages ENS, ESV et SAV commencent à se différencier à partir du troisième mois, les écarts ne faisant que s'accentuer au cours du stockage SAV > ESV > ENS > V *. Cependant, quel que soit l'emballage, le café perd une part importante de sa fraction volatile au cours du stockage (par exemple : 50 % en trois mois, de 76 à 91 % en huit mois et demi).

2) Variation (%) de l'aire de la fraction I.

t(j)	12	33	61	89	117	159	215	257
V.	33,6	64,9	83,5	90,8	93,6	95,0	95,4	95,4
E.N.S	12,2	26,5	42,4	55,3	65,9	78,1	89,6	95,5
E.S.V.	12,3	26,3	41,4	53,2	62,4	72,5	81,3	85,6
S.A.V	12,1	25,5	39,3	49,5	57,2	65,1	71,4	74,3

Nous observons que la décroissance des fractions volatiles I des quatre échantillons est très semblable à celle des fractions volatiles totales : forte décroissance de l'échantillon V qui perd 83 % de sa fraction la plus volatile en deux mois contre environ 41 % pour les autres échantillons.

Les emballages ENS, ESV et SAV commencent à se différencier à partir du deuxième mois : SAV > ESV > ENS > V *.

La fraction I est donc une bonne image de la variation globale de la fraction volatile.

3) Variation (%) de l'aire de la fraction II.

t(j)	12	33	61	89	117	159	215	257
V.	15,4	36,4	56,0	68,8	77,2	84,7	89,6	91,4
E.N.S	5,27	14,0	24,7	34,8	44,1	56,7	71,4	81,0
E.S.V.	5,52	14,6	25,7	35,9	45,3	57,8	71,9	81,0
S.A.V	7,2	18,7	31,9	43,0	52,4	63,9	75,2	81,6

Mis à part V, la décroissance des fractions II est relativement linéaire, avec ENS ≃ ESV > SAV *.

La perte relative est de l'ordre de 81 % au bout de huit mois et demi de stockage.

4) Variation (%) de l'aire de la fraction III.

t(j)	12	33	61	89	117	159	215	257
V.	13,5	52,3	50,7	63,4	72,1	80,4	86,3	88,5
E.N.S	9,8	24,4	39,5	51,0	59,7	69,0	76,5	80,0
E.S.V.	9,0	22,5	37,1	48,2	57,0	66,5	74,6	78,5
S.A.V	9,3	23,6	39,1	51,2	60,7	71,4	80,8	85,4

Les trois emballages ENS, ESV et SAV présentent des variations très semblables.

ESV > ENS ≃ SAV * pendant les quatre premiers mois,
ESV ≃ ENS > SAV * les mois suivants.

L'ensemble de ces observations nous permet de déduire que les trois emballages ENS, ESV, SAV présentent une rétention très voisine aux composés volatils analysés par notre méthode, pendant approximativement trois mois. Si les différences observées ultérieurement s'accentuent au cours du stockage, elles semblent cependant peu importantes par rapport à la perte « absolue » de chaque emballage.

* Le signe > signifie dans ce cas une meilleure rétention de la fraction volatile.

Variation des pourcentages relatifs des fractions I, II et III pour les quatre conditionnements

Les figures 6 et 7 (p. 218, 219, 220) indiquent l'évolution du pourcentage relatif des trois fractions (calculé d'après l'équation des courbes) en fonction de l'emballage. Nous constatons :

- Une similitude de comportement entre les emballages sous vide ; cependant la concentration relative de la fraction I est toujours plus élevée pour SAV que pour ESV, alors que celles des fractions II et III est plus forte pour ESV que pour SAV.
- Une différence importante entre l'ENS et les emballages étanches : la fraction I décroissant rapidement à partir du quatrième mois, et surtout devenant inférieure aux fractions II et III entre le septième et le huitième mois de stockage.
- Mis à part l'échantillon V, la fraction II des échantillons est toujours supérieure à la fraction III pendant presque toute la période de stockage.

Ces observations nous permettent de déduire que :

— ENS, ESV et SAV sont très semblables pendant une période de stockage de deux mois environ.

— Après deux mois de stockage, les emballages se différencient, SAV présentant relativement une meilleure rétention des composés les plus volatils.

Remarque 1 : Les valeurs mesurées donnent les mêmes indications que précédemment. Nous notons cependant des valeurs différentes du pourcentage relatif de chaque fraction à partir du septième mois. L'écart est en particulier très net pour l'ENS dont les valeurs mesurées sont plus proches de ESV et SAV que celles calculées.

Remarque 2 : L'étude de la fraction volatile montre une décroissance exponentielle pour tous les emballages. L'étude du stockage d'un échantillon dont on ne connaît pas la date de torréfaction permet de calculer l'équation de l'évolution de sa fraction volatile en fonction du temps, mais ne permet pas de déterminer la composition originelle de cette fraction volatile, c'est-à-dire le temps de stockage.

Remarque 3 : D'autres méthodes analytiques (8), plus fines que celle que nous avons utilisée, ont été employées pour suivre l'évolution de la fraction volatile du café au cours du stockage. En particulier celle de O. G. Vitzthum (9), qui consiste à suivre l'évolution du rapport des aires des pics méthyl-2-furane et butanone-2 (10). Mais ces méthodes ne semblent pas permettre non plus la détermination du temps de stockage d'un échantillon quelconque.

Remarque 4 : Evolution de la fraction volatile du témoin (tableau XVII).

Les quelques mesures effectuées montrent que la fraction volatile du témoin surgelé évolue au cours du stockage. Cette évolution est assez lente puisqu'on observe une perte globale de 25 % en sept mois environ contre 73 % dans le cas du SAV stocké à température ambiante. Elle est cependant notable puisqu'on observe une diminution de 33 % de la fraction la plus volatile.

Cependant, le pourcentage relatif de chaque fraction reste sensiblement constant au cours du stockage, et la fraction volatile assez stable pendant quatre mois.

TABLEAU XVII

Evolution des aires et du pourcentage relatif des fractions volatiles du témoin

	0 jour		82 jours			145 jours			222 jours		
	S	%	S	%	perte %	S	%	perte %	S	%	perte %
F. I	68,48	73,0	60,10	68,9	12,2	49,18	67,0	28,2	45,90	69,7	33,0
F. II	12,32	14,0	14,17	16,2	- 15	12,04	16,4	- 2,3	9,92	15,1	19,5
F. III	11,44	13,0	13,05	14,9	-14,1	12,15	16,6	-6,20	10,01	15,2	1,25
Σ S	88,24	100	87,32	100	1,0	73,97	100	16,8	65,83	100	25,4

Fig. 6. — Evolution du pourcentage relatif des fractions I, II, III pour chaque échantillon, au cours du stockage (valeurs calculées)

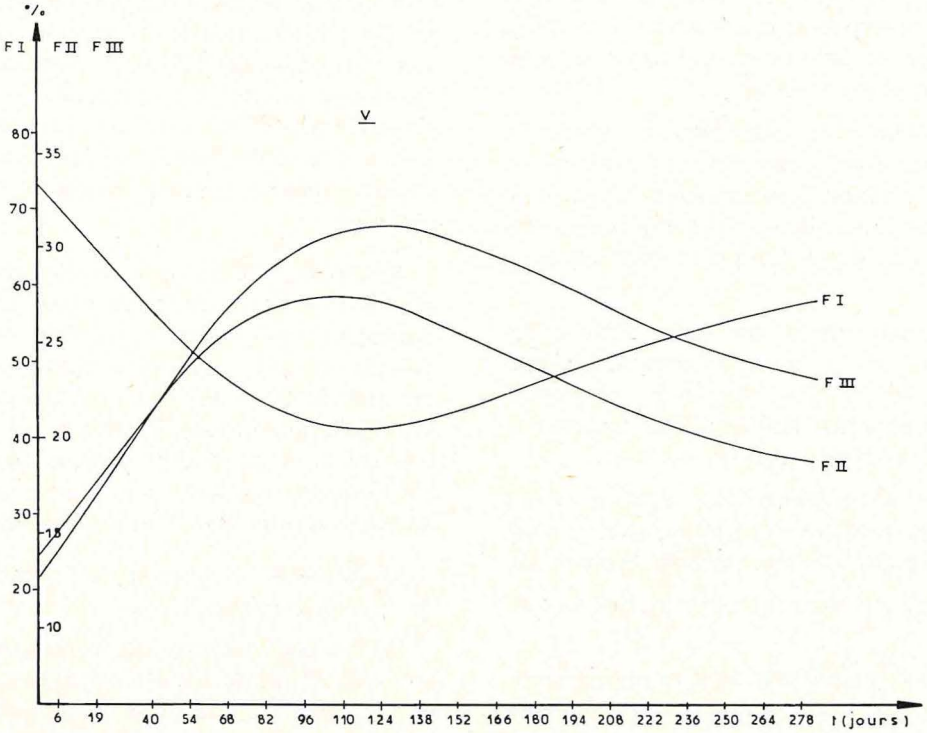


Fig. 6 (1)

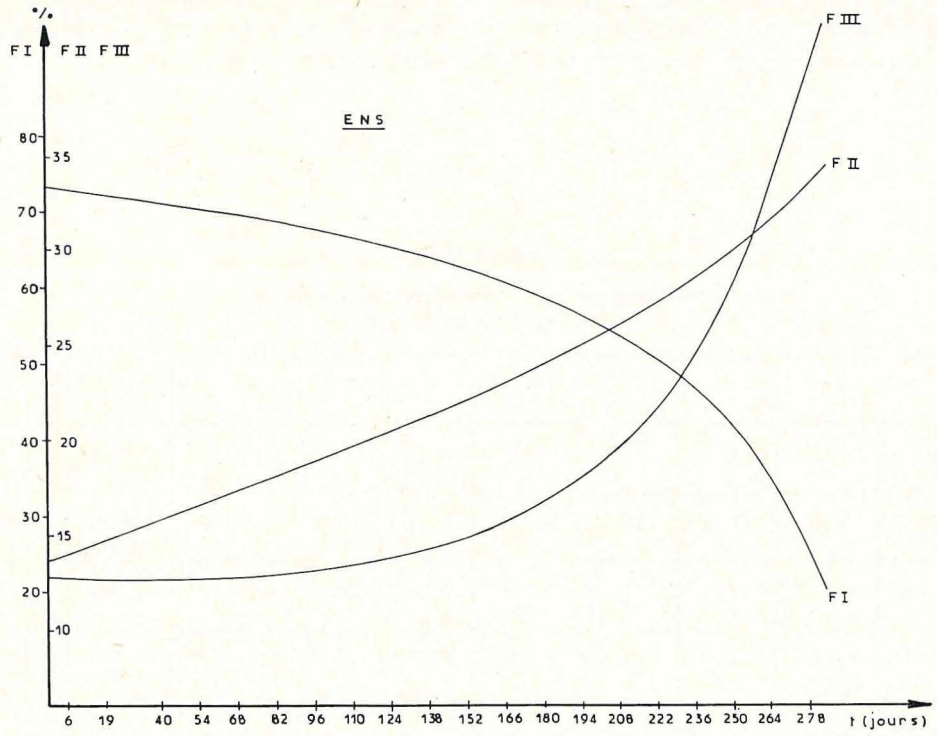


Fig. 6 (2)

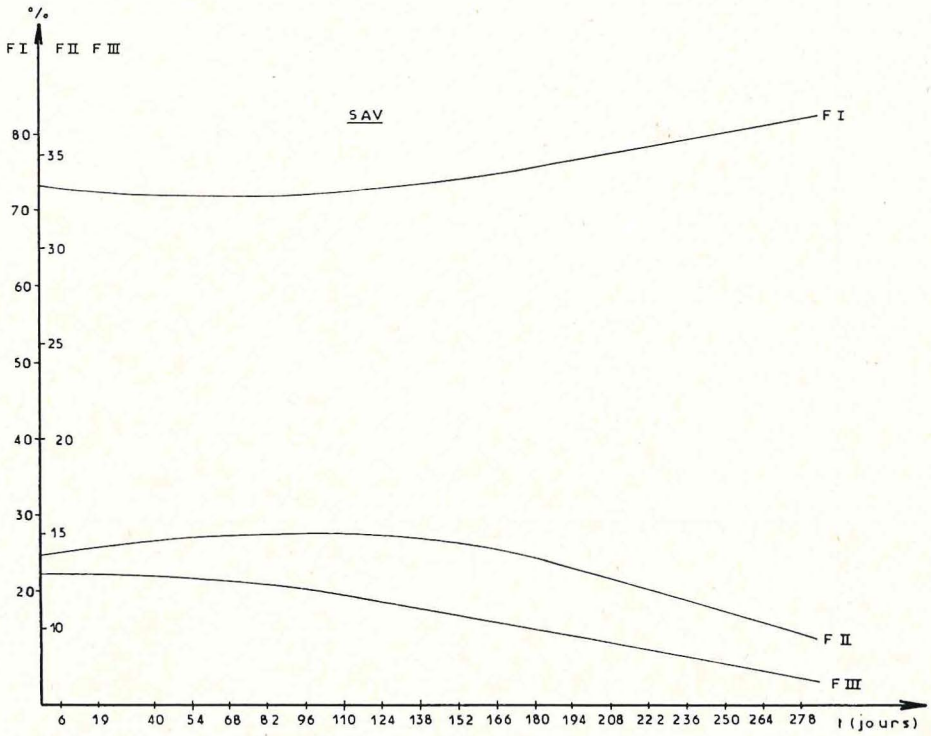

%
FI
FII FIII
SAV
FI
FII
FIII
80
70
60
50
40
30
20
35
30
25
20
15
10
6 19 40 54 68 82 96 110 124 138 152 166 180 194 208 222 236 250 264 278
t (jours)

Fig. 6 (3)

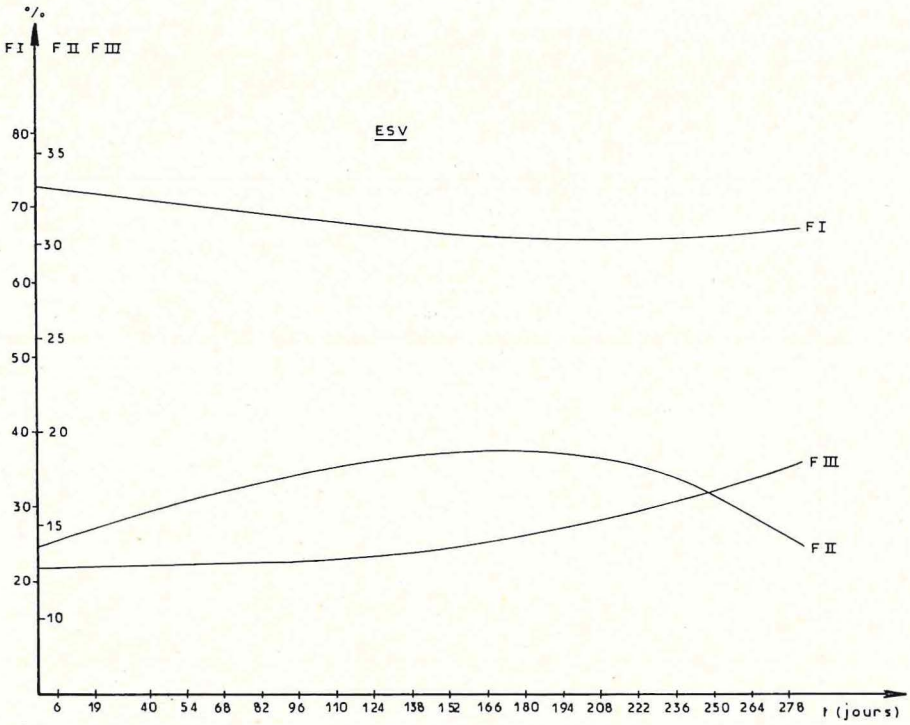
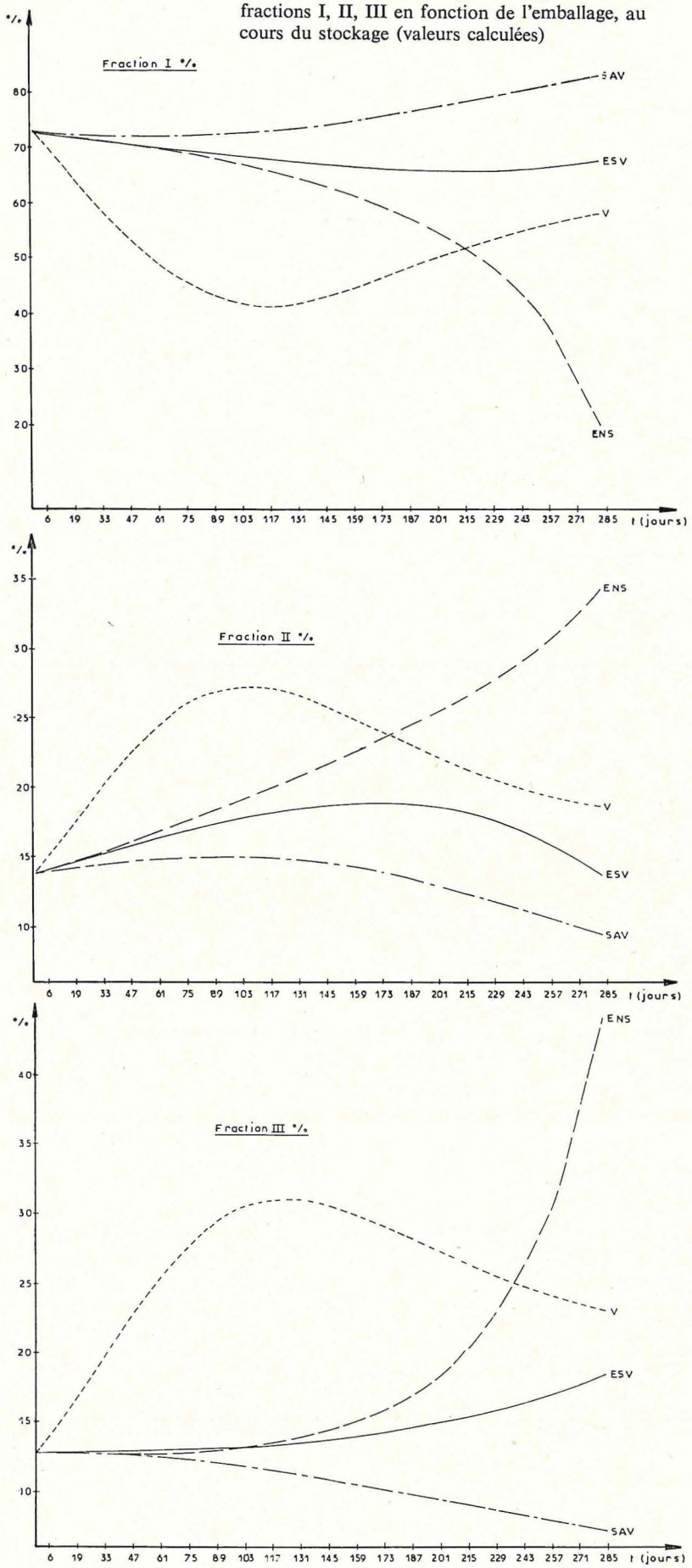

%
FI
FII FIII
ESV
FI
FIII
FII
80
70
60
50
40
30
20
35
30
25
20
15
10
6 19 40 54 68 82 96 110 124 138 152 166 180 194 208 222 236 250 264 278
t (jours)

Fig. 6 (4)

Fig. 7. — Evolution du pourcentage relatif des fractions I, II, III en fonction de l'emballage, au cours du stockage (valeurs calculées)



Evolution de la teneur en eau (tableau XVIII)

Les résultats montrent une bonne stabilité de la teneur en eau des cafés ENS, ESV et SAV au cours du stockage. Les droites de régression ont les équations suivantes :

V : $Q = 12{,}89.10^{-3}\ t + 4{,}81$ ($R = 0{,}93$)
ENS : $Q = 2{,}20.10^{-3}\ t + 4{,}44$ ($R = 0{,}78$)
ESV : $Q = 2{,}29.10^{-3}\ t + 4{,}54$ ($R = 0{,}95$)
SAV : $Q = 0{,}606.10^{-3}\ t + 4{,}49$ ($R = 0{,}24$)
(t en jours)

Remarques : Les pentes des droites Q_{ENS} et Q_{ESV} sont pratiquement identiques, il semble donc que l'influence du matériau (SAV/ESV) soit plus importante que celle du mode d'emballage (ENS/ESV) en ce qui concerne la reprise en eau des échantillons.

Acidité de la boisson (tableau XVIII, fig. 8)

Nous avons mesuré le pH de la boisson dégustée, et enregistré les courbes de neutralisation (NaOH N/10 jusqu'à pH 9,5) en fixant pH 7 comme point de neutralité.

Les résultats montrent des variations linéaires du pH et du volume de soude versé en fonction du temps pour les quatre échantillons et le témoin.

Les droites de régression calculées ont les équations suivantes :

V pH $= -6{,}388.10^{-4}\ t + 5{,}217.7$ ($R = -0{,}83$)
ENS pH $= -4{,}178.10^{-4}\ t + 5{,}225.6$ ($R = -0{,}55$)
ESV pH $= -5{,}173.10^{-4}\ t + 5{,}235.8$ ($R = -0{,}69$)
SAV pH $= -3{,}298.10^{-4}\ t + 5{,}233.1$ ($R = -0{,}60$)
T pH $= -1{,}125.10^{-4}\ t + 5{,}254.6$ ($R = -0{,}20$)
t en jours

V $V_{NaOH} = 4{,}432.10^{-3}\ t + 3{,}611.8$ ($R = 0{,}85$)
ENS $V_{NaOH} = 5{,}051.10^{-3}\ t + 3{,}665.3$ ($R = 0{,}88$)
ESV $V_{NaOH} = 5{,}777.10^{-3}\ t + 3{,}606.8$ ($R = 0{,}90$)
SAV $V_{NaOH} = 4{,}456.10^{-3}\ t + 3{,}653.8$ ($R = 0{,}91$)
T $V_{NaOH} = 2{,}946.10^{-3}\ t + 3{,}526.1$ ($R = 0{,}85$)
t en jours

Les résultats indiquent :

1) Une acidité en fin de stockage : V > (ESV, ENS) > SAV > T.

2) Une évolution du témoin.

Il est intéressant d'étudier la variation $V_{(NaOH)} = f(pH)$, c'est-à-dire de caractériser en fait le pouvoir tampon (PT) de la boisson au cours du stockage.

$$PT = \frac{\Delta V}{\Delta pH}$$

Les droites $V_{NaOH} = f(pH)$ (fig. 9) sont calculées simplement à partir des équations $pH = f(t)$ et $V_{NaOH} = f(t)$. Le pouvoir tampon global des quatre emballages et du témoin est le rapport des pentes m_{pH} et m_v.

	V	ENS	ESV	SAV	T
PT :	6,96	12,1	11,2	13,5	26,2

TABLEAU XVIII

Evolution de la teneur en eau du grain, du pH de la boisson, du volume (ml) de NaOH N/10 versé pour neutraliser la boisson (pH 7)

	t (jours)	6	12	26	40	54	68	82	96	110	124	138	152	166	180	194	208	222	236	250	264	278
V.	% eau	4,76	4,66	5,16	5,25	5,43	5,56	6,32	6,80	6,48	5,67	-	7,76	7,04	6,92	7,05	7,41	7,79	8,51	8,52	7,89	7,34
	pH	4,86	5,18	5,22	5,21	5,20	5,18	5,18	5,13	5,16	5,11	5,08	5,06	-	5,16	5,09	5,15	5,12	5,08	5,08	5,00	5,00
	V NaOH	3,80	3,60	3,45	3,65	3,60	4,40	3,80	4,40	3,95	4,10	4,20	4,35	-	4,40	5,00	4,40	4,50	4,70	4,65	-	4,65
E.N.S	% eau	4,73	4,40	4,63	4,48	4,55	4,31	4,56	4,86	4,55	4,54	4,79	4,74	4,94	4,88	4,83	4,89	4,77	5,02	5,07	5,32	4,88
	pH	5,10	5,20	5,24	5,21	5,21	5,18	5,25	5,15	5,18	5,10	5,11	5,15	5,18	5,13	5,20	5,13	5,18	5,16	5,14	5,05	5,05
	V NaOH	3,70	3,55	3,60	3,75	3,55	4,40	4,20	4,40	3,95	4,35	4,70	4,55	4,70	4,00	4,45	4,85	4,90	4,80	4,65	-	4,80
S.V	% eau	4,62	4,59	4,68	4,58	4,68	4,59	4,74	4,78	4,72	4,71	4,91	4,93	4,93	4,94	4,97	4,97	4,95	5,22	5,16	5,20	5,13
	pH	5,24	5,20	5,22	5,26	5,21	5,18	5,20	5,11	5,21	5,16	5,20	5,20	5,06	5,11	5,19	5,14	5,19	5,17	5,13	5,07	5,00
	V NaOH	3,60	3,60	3,45	3,60	3,75	4,30	4,20	4,35	4,20	4,15	4,35	4,85	4,90	5,00	4,85	4,90	4,95	4,80	4,80	-	4,80
S.A.V	% eau	4,76	4,42	4,51	4,59	4,35	4,55	4,88	4,47	4,37	4,42	4,59	4,55	4,41	4,53	4,60	4,61	4,27	4,59	5,07	5,06	4,46
	pH	5,25	5,26	5,19	5,20	5,22	5,26	5,17	5,11	5,21	5,16	5,20	5,24	5,22	5,18	5,17	5,14	5,20	5,15	5,20	5,11	5,10
	V NaOH	3,70	3,60	3,60	3,65	3,75	4,20	4,20	4,40	4,10	4,35	4,20	4,20	4,40	4,40	4,55	4,70	4,60	5,00	4,50	-	4,75
T	% eau	4,67	4,48	4,63	4,74	4,81	4,82	4,75	4,58	4,44	4,98	4,85	4,70	4,53	4,53	4,81	4,60	4,54	4,70	4,63	4,73	4,80
	pH	5,30	5,23	5,22	5,25	5,26	5,30	5,17	5,23	5,21	5,25	5,23	5,31	5,27	5,16	5,24	5,20	5,28	5,29	5,29	5,17	5,16
	V NaOH	3,40	3,50	3,40	3,65	3,45	4,00	3,95	4,15	3,95	3,80	3,90	4,05	4,05	4,60	4,05	4,05	4,10	4,40	4,20	-	4,20

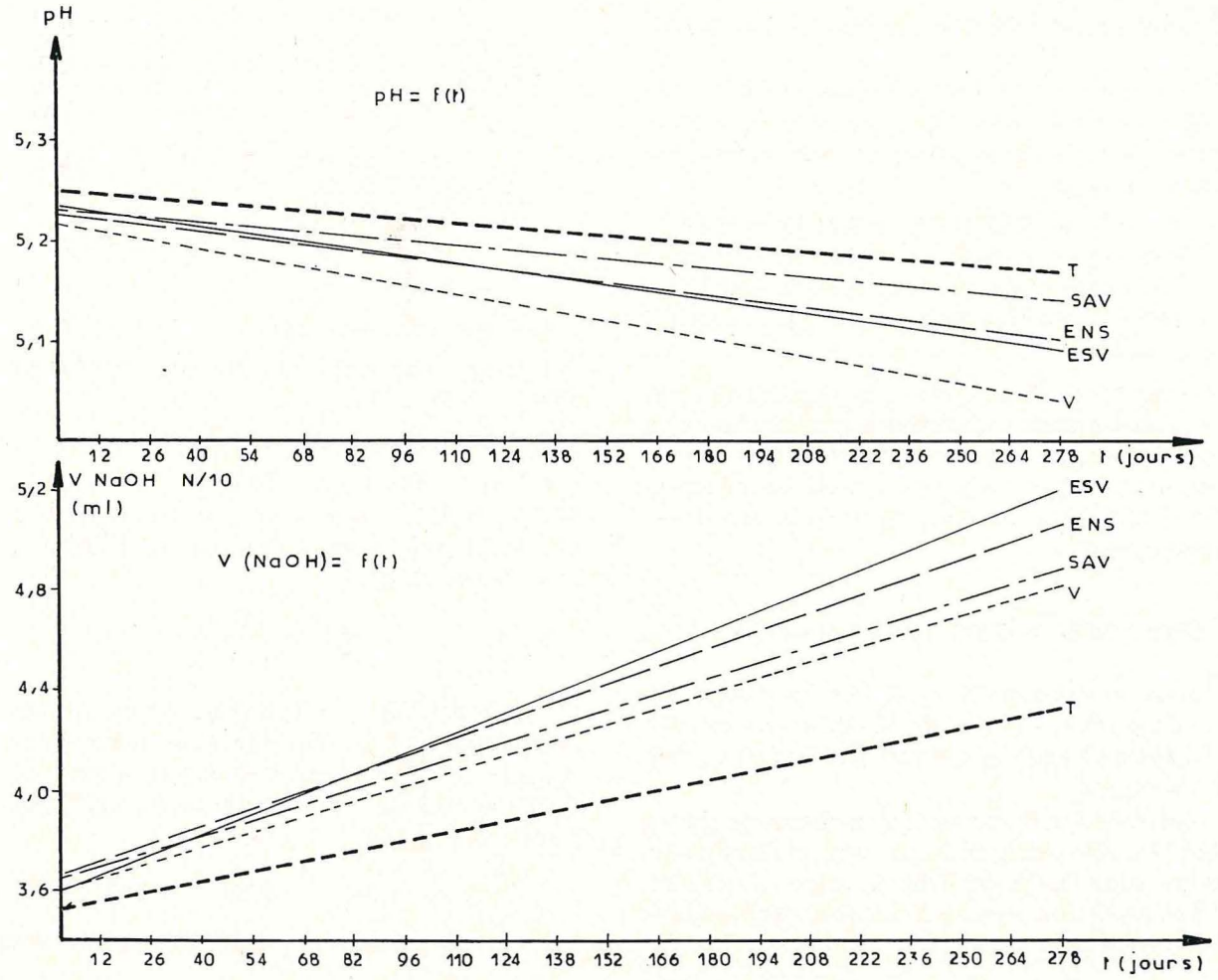


Fig. 8. — Variations du pH et du volume de soude en fonction du temps

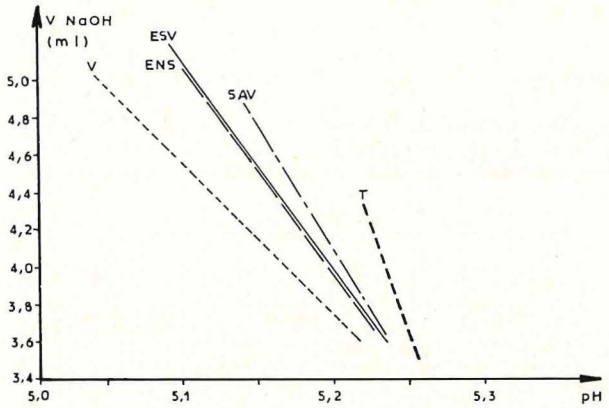


Fig. 9. -- V (NaOH) = f (pH)

Nous constatons une similitude entre les trois emballages ENS, ESV et SAV, alors que V présente un PT inférieur de moitié.

Le témoin présente une valeur PT très élevée, c'est-à-dire dans ce cas un ΔV non négligeable pour un ΔpH très faible. Or la température de conservation est le seul paramètre qui différencie les échantillons SAV et T. Si le témoin surgelé n'avait pas évolué durant le stockage, nous aurions mesuré $\Delta pH = 0$, $\Delta V_{NaOH} = 0$.

Le fait que ΔV observé soit de 0,82 ml de NaOH N/10 pour 50 ml de boisson (= 0,164 méq NaOH) implique la formation de composés à pK élevé au cours du stockage.

L'absence d'oxygène et une température de – 25 °C tendrait à démontrer que le mécanisme de formation de ces composés est de type radicalaire (auto-oxydation), la période d'induction pouvant avoir lieu pendant la torréfaction.

Les valeurs du PT calculées pour tous les emballages sont inférieures à celles du témoin. A température ambiante, plusieurs réactions peuvent intervenir au cours du stockage, par exemple :

— dégradation des acides faibles intermédiaires,

— formation par oxydation d'autres acides faibles.

En fait notre observation du phénomène est trop

globale, il serait nécessaire de pouvoir suivre par des méthodes analytiques adéquates (réductions électrochimiques, par exemple) l'évolution du PT point par point en fonction du stockage.

Les résultats nous permettent simplement de conclure que les trois emballages ENS, ESV et SAV confèrent à la boisson des propriétés acides voisines, avec cependant une sensible différence de comportement du SAV vis-à-vis de l'oxydation du café.

Relation entre dégustation et analyses chimiques

Nous avons observé à la dégustation des différences entre les échantillons et le témoin pour divers temps de stockage. Il est intéressant d'essayer de corréler ces résultats avec ceux obtenus par des méthodes physico-chimiques.

Dégustation — espaces de tête

P. J. Noomen (11) a montré qu'il était possible de mettre en corrélation l'appréciation organoleptique avec le rapport des aires de deux composés soufrés inconnus dans le cas de quatre échantillons de café différents. Cependant, il n'indique aucune corrélation dans le cas d'une étude de stockage.

Dans notre cas, les compositions calculées des fractions volatiles aux temps de stockage où les échantillons sont jugés moins aromatiques que le témoin sont données dans le tableau XIX.

Les compositions V (40 j), ENS (138 j), ESV (180 j) et SAV (208 j) sont très voisines, celle du V étant cependant légèrement plus élevée.

Ces résultats indiquent que l'évaluation des fractions volatiles des échantillons analysés par notre méthode est en accord avec les résultats de l'analyse sensorielle.

Ils indiquent également qu'il semble exister un seuil de perception du caractère aromatique correspondant à un « café frais » ayant perdu environ 70 % de sa fraction volatile.

Dégustation-acidité

Mis à part le café en vrac qui présente une acidité chimique différente de celle des trois autres échantillons, la précision de la mesure ne permet pas d'établir une corrélation entre l'acidité organoleptique et l'acidité chimique.

Les boissons sont perçues différentes du témoin pour un $\Delta pH = 0{,}08$, valeur assez faible mais très supérieure à celle indiquées par Wajda et Walczyk (13).

TABLEAU XIX

	t(j)	40	138	180	208
V	I	19	3,5	3,2	3,2
	II	7,1	2,3	1,6	1,4
	III	7,1	2,6	1,9	1,6
Σ	S	32,5	8,0	6,7	6,5
ENS	I	46	18,3	11,2	7,5
	II	10,2	6,1	4,6	3,8
	III	8,2	4,0	3,2	2,8
Σ	S	64,5	28,5	19	14,2
ESV	I	46,5	21,2	15,7	13,0
	II	10,2	6,0	4,5	3,6
	III	8,4	4,3	3,5	3,0
Σ	S	65	31,5	23,5	19,5
SAV	I	47	25,5	21,3	19,5
	II	9,6	5,1	3,9	3,3
	III	8,3	3,8	2,8	2,3
Σ	S	65	34,5	28,0	25

Discussion

Il est vraisemblable que les réactions d'oxydation prennent une place importante dans l'appréciation des caractères acide et aromatique des boissons. Les différences obtenues à la dégustation entre les emballages tendraient à confirmer cette supposition.

En particulier, R. Radtke (12) a montré que la consommation d'oxygène du café moulu au cours du stockage est une fonction croissante de la concentration en oxygène de l'atmosphère de conservation. L'auteur indique également que la variation de la qualité sensorielle des boissons élaborées à partir de café moulu stocké dans une atmosphère contenant au maximum 1 % d'oxygène était pratiquement négligeable pendant quatre mois ; alors qu'elle devenait importante en présence de 3 % et plus d'oxygène. De plus, la consommation d'oxygène croît avec la teneur en eau.

Dans notre cas, les vitesses d'oxydation seraient :

$$V > ENS > ESV > SAV$$

en effet, les teneurs en eau dans les premières semaines de stockage sont :

V > (ENS, ESV, SAV)

et l'étanchéité croissante des emballages vis-à-vis de l'oxygène :

V, ENS, ESV, SAV.

Nous noterons cependant que la seule présence d'un emballage (ENS/V) est finalement une protection efficace contre l'acidification et la perte d'arôme.

Limite de l'étude

Nous avons signalé que le café Robusta présentait une meilleure stabilité au stockage que le café Arabica, et nous avons montré (4) que la composition de la fraction volatile du café est une fonction directe de la torréfaction (formation de pyrazines).

Nous ne pouvons donc pas généraliser par exemple les résultats de la dégustation effectuée dans la présente étude à une autre étude de stockage.

Nous pouvons cependant supposer que toutes les analyses chimiques apporteront des renseignements complémentaires non contradictoires sur la décroissance de la fraction volatile et les réactions d'oxydation du grain, ainsi que sur l'acidification de la boisson au cours du stockage.

L'emploi d'emballages modèles évite les problèmes liés par exemple au dégazage pour les emballages sous vide et permet de dégager l'influence d'un seul paramètre entre deux échantillons.

CONCLUSIONS

Nous avons examiné, au cours de ce travail, le comportement d'un Arabica Colombie conditionné dans quatre emballages modèles V, ENS, SV, SAV, au cours d'un stockage de quarante semaines.

Les résultats obtenus à la dégustation indiquent que :

1) la définition d'une durée optimale de conservation est fonction du témoin utilisé et que pour notre témoin (surgelé 7 h après torréfaction), cette durée est comprise entre six et vingt-six semaines.

2) la conservation en emballage étanche favorise la rétention du caractère aromatique de la boisson.

3) l'augmentation de l'acidité, ainsi que la diminution du caractère aromatique, est une fonction de l'étanchéité de l'emballage.

4) la présence d'un « emballage vrai » (ENS/V) améliore notablement la conservation de l'échantillon.

Les résultats analytiques indiquent que :

1) la composition de la fraction volatile est une fonction du temps de stockage et que tous les échantillons suivent une courbe de décroissance du type $Y = a\,e^{-bt} + c$.

2) la date limite de conservation optimale n'a plus de sens dans la mesure où, quel que soit l'emballage, tous les échantillons évoluent immédiatement après torréfaction.

3) les échantillons ENS, SV et SAV sont sensiblement identiques pendant environ deux mois de stockage.

4) l'acidité et le pouvoir tampon des boissons donnent des indications sur l'emballage.

5) il existe une relation entre l'évaluation analytique des fractions volatiles des échantillons et la perception organoleptique du caractère aromatique des boissons correspondantes.

L'étude de stockage présentée a été effectuée sur un échantillon d'Arabica Colombie, ayant subi une torréfaction donnée, et conditionné dans quatre emballages modèles. Or, nous savons que la qualité du lot de café vert ainsi que la torréfaction ont une influence déterminante sur la qualité du produit fini. Les résultats de notre étude ne sont donc, en l'état, applicables qu'à l'échantillon utilisé.

Nous remercions les Etablissements L. Goglio pour la fourniture de pochettes SAV et la mise à notre disposition du matériel de conditionnement SAV.

Nous remercions tout particulièrement la Société Jacques Vabre pour la fourniture et la torréfaction des échantillons Arabica Colombie, ainsi que pour la mise à notre disposition du système de conditionnement.

Nous remercions la Société Nermag S. A. pour l'analyse et l'identification des composés par spectrométrie de masse.

BIBLIOGRAPHIE

1. Arrêté du 22 août 1979. *JORF*, septembre 1979.
2. Circulaire du 19 août 1970.
3. HAEVECKER (U.). — Einfluss der Verpackung auf die sensorisch erfassbare Qualität von Röstkaffee unter verschiedenen Lagerbedingungen. *Chem. Mikrobiol. Technol. Lebensm.* (Nuremberg), 1979, **6**, 2, p. 33-35.
4. CROS (E.), GUYOT (B.), VINCENT (J.-C.). — Profil chromatographique de la fraction volatile du café. Différences entre cafés verts sain et puant. Influence de la torréfaction sur le grain et la boisson. *Café Cacao Thé* (Paris), vol. XXIII, n° 3, juil.-sept. 1979, p. 193-202.
5. CORNU (A.), MASSOT (R.). — Compilation of Mass Spectral Data. Ed. Heyden and Son, 2nd edit. 1975.
6. STENHAGEN (E.), ABRAHAMSSON (S.), Mac LAFFERTY (F. W.). — Registry of Mass Spectral Data. Ed. Wiley Interscience Publication U. S. A., 1974.
7. Eight Peak Index of Mass Spectra. Ed. Mass Spectrometry Data Centre (Reading, U. K.), 2nd edit. 1974.
8. TRESSL (R.), GRUNEWALD (K. G.), KAMPERSCHOER (H.), SILWAR (R.). — Verhalten einiger schwererflüchtiger Aromastoffe während der Alterung von Röstkaffee. *Chem. Mikrobiol. Technol. Lebensm.* (Nuremberg), 1979, **6**, 2, p. 52-57.
9. VITZTHUM (O. G.), WERKOFF (P.). — Aroma analysis of coffee, tea and cocoa products by headspace techniques. *In* « Analysis of Foods and Beverages », p. 115-133. Ed. G. Charalambous, Academic Press (New York), 1978.
10. ARACKAL (Th.), LEHMANN (G.). — Messung des Quotienten 2-Methylfuran/2-Butanon von ungemahlenem Röstkaffee während der Lagerung unter Luftausschluss. *Chem. Mikrobiol. Lebensm.* (Nuremberg), 1979, **6**, 2, p. 43-47.
11. NOOMEN (P. J.). — Monitoring keeping quality status of roast coffee by volatile sulphur compounds. *Chem. Mikrobiol. Lebensm.* (Nuremberg), 1979, **6**, 2, p. 48-51.
12. RADTKE (R.). — Zur Kenntnis des Sauerstoffverbrauchs von Röstkaffee und seiner Auswirkung auf die sensorisch ermittelte Qualität des Kaffeegetränks. *Chem. Microbiol. Lebensm.* (Nuremberg), 1979, **6**, 2, p. 36-42.
13. WAJDA (P.), WALCZYK (D.). — Relationship between acid value of extracted fatty matter and age of green coffee beans. *J. Sci. Fd Agric.* (Londres), 1978, **29**, p. 377-380.

CROS (E.), FOURNY (G.), GUYOT (B.), ROULY (M.), VINCENT (J.-C.). — **Evolution d'un café Arabica torréfié stocké dans quatre emballages modèles. Analyse sensorielle. Evolution de la fraction volatile. Comparaison par rapport à un témoin. Date limite d'utilisation optimale.** *Café Cacao Thé* (Paris), vol. XXIV, n° 3, juil.-sept. 1980, p. 203-226, fig., tabl., réf.

Les auteurs étudient (analyse sensorielle, évolution de l'espace de tête, acidité de la boisson) le stockage (quarante semaines) d'un Arabica Colombie conditionné dans quatre emballages modèles, vrac, emballage normal simulé, emballage sous vide, sac à valve, par rapport à un témoin (surgelé 7 h après torréfaction).

L'analyse sensorielle indique :

1) Que la définition d'une durée optimale de conservation est fonction du témoin utilisé. Dans le cas présent, elle est comprise entre six et vingt-six semaines.

2) Que la conservation en emballage étanche favorise la rétention du caractère aromatique de la boisson.

3) Que l'augmentation de l'acidité, ainsi que la diminution du caractère aromatique de la boisson, est une fonction de l'étanchéité de l'emballage.

L'analyse chimique a montré que :

1) La composition de la fraction volatile est une fonction du temps de stockage et que tous les échantillons suivent une courbe de décroissance du type $y = a\,e^{-bt} + c$.

2) La date limite d'utilisation optimale n'a plus de sens dans la mesure où tous les échantillons évoluent après torréfaction.

3) Que les quatre échantillons sont sensiblement identiques pendant environ deux mois de stockage.

4) Que l'acidité et le pouvoir tampon des boissons donnent des indications sur l'emballage.

CROS (E.), FOURNY (G.), GUYOT (B.), ROULY (M.), VINCENT (J.-C.). — **Changes in a roasted Arabica coffee stored in four model packings. Sensorial analysis. Changes in the volatile fraction. Comparison with a control. Optimum utilization time limit.** *Café Cacao Thé* (Paris), vol. XXIV, n° 3, juil.-sept. 1980, p. 203-226, fig., tabl., réf.

The authors studied (sensorial analysis, development of head space, beverage acidity) the storage (forty weeks) of a Colombian Arabica in four model packings, loose, simulated normal packing, vacuum packing, bags with a valve, compared with a control (deep-frozen for 7 hours after roasting).

Sensorial analysis showed that :

1) the definition of the optimum conservation duration depends on the control used. In the present case, this was between six and twenty-six weeks,

2) conservation in an airtight packing promotes the retention of the aromatic character of the beverage,

3) the increase in the acidity, as also diminution of the aromatic character of the beverage, depends on the degree of airtightness of the packing.

Chemical analysis showed that :

1) the composition of the volatile fraction depends on the storage time and that all samples follow a decreasing curve of the type $y = ae^{-bt} + c$,

2) the optimum utilization limit date has no longer any significance since all samples change after torrefaction,

3) the four samples were substantially identical after being stored for two months,

4) the acidity and the buffering power of the beverages give information on the packing.

CROS (E.), FOURNY (G.), GUYOT (B.), ROULY (M.), VINCENT (J.-C.). — **Evolution eines in vier Modellverpackungen gelagerten gerösteten Arabica Kaffees. Sensorische Analyse. Evolution des flüchtigen Bruchteils. Vergleich mit einem Kontrollmuster. Endzeitpunkt für eine optimale Verwendung.** *Café Cacao Thé* (Paris), vol. XXIV, n° 3, juil.-sept. 1980, p. 203-226, fig., tabl., réf.

Untersuchung (Sensorische Analyse — Evolution der headspaces — Säuregrad des Getränks) der vierwöchigen Lagerung eines in vier Modellverpackungen konditionierten Arabica Columbien : unverpackt, simulierte normale Verpackung, Vakuumverpackung, Ventilbeutel, im Vergleich zu einer Kontrollmuster (tiefgekühlt sieben Stunden nach der Röstung).

Die sensorische Analyse zeigt dass :

1. die Definition einer optimalen Konservierungsdauer vom verwendeten Kontrollmuster abhängt. Im gegenwärtigen Fall liegt sie zwischen sechs und sechs und zwanzig Wochen ;

2. die Konservierung in dichter Verpackung die Zurückhaltung des aromatische Charakters des Getränks fördert ;

3. die Erhöhung des Säuregrads und die Verringerung des aromatischen Charakters des Getränks von der Dichtheit der Verpackung abhängig ist.

Die chemische Analyse zeigt dass :

1. die Zusammensetzung des flüchtigen Bruchteils von der Lagerungsdauer abhängt und alle Muster einer abnehmenden Kurve vom Typ $y = ae^{-bt} + c$ folgen ;

2. der Endzeitpunkt für eine optimale Verwendung keinen Sinn mehr hat insofern alle Muster nach der Röstung sich verändert ;

3. die vier Muster während zwei Monate Lagerung identisch sind ;

4. der Säuregrad und das Puffervermögen der Getränke Angaben über die Verpackung liefern.

CROS (E.), FOURNY (G.), GUYOT (B.), ROULY (M.), VINCENT (J.-C.). — **Evolución de un café Arabica tostado y almacenado en cuatro embalajes modelo. Análisis sensorial. Evolución de la fracción volátil. Comparación en relación con un testigo. Fecha limite de utilización óptima.** *Café Cacao Thé* (Paris), vol. XXIV, n° 3, juil.-sept. 1980, p. 203-226, fig., tabl., réf.

Los autores han procedido al estudio (análisis sensorial, evolución del espacio de cabeza, acidez de la bebida) del almacenamiento (cuarenta semanas) de un Arabica Colombia envasado en cuatro embalajes modelo : a granel, embalaje normal simulado, embalaje en vacío, saco con válvula, y ello en relación con un testigo (congelado siete horas después de la tostación).

El análisis sensorial indica que :

1) La definición de una duración óptima de conservación guarda relación con el testigo utilizado. En el caso estudiado, tal duración queda comprendida entre seis y veintiséis semanas.

2) La conservación en embalajes herméticos favorece la retención del carácter aromático de la bebida.

3) El aumento de la acidez, así como la disminución del carácter aromático de la bebida guarda relación con la hermeticidad del embalaje.

El análisis químico ha demostrado que :

1) La composición de la fracción volátil guarda relación con el tiempo de almacenamiento y que todas las muestras siguen una curva decreciente del tipo $y = ae^{-bt} + c$.

2) La fecha límite de utilización óptima carece de sentido en la medida en que todas las muestras evolucionan después de la tostación.

4) Las cuatro muestras son virtualmente idénticas durante aproximadamente dos meses de almacenamiento.

5) La acidez y el poder tampón de las bebidas proporcionan indicaciones acerca del embalaje.