



УДК 544.725

Определение синтетических красителей методом ТСХ

Хальзова С.А., Зяблов А.Н., Селеменев В.Ф.

ФГБОУ ВПО «Воронежский государственный университет», Воронеж

Поступила в редакцию 20.05.2014 г.

Аннотация

Методом ТСХ с применением компьютерной денситометрии определено наличие синтетических красителей в пищевых продуктах. Выбраны условия хроматографирования, которые дают наилучшее разделение и качество зон. Определены красители тартразин Е 102, желтый «солнечный закат» Е 110, азорубин Е 122, бриллиантовый синий FCF Е133.

Установлено значительное превышение рекомендованных дозировок синтетических красителей в безалкогольных напитках и леденцовой карамели.

Ключевые слова: синтетические красители, ТСХ, компьютерная денситометрия.

By TLC using computer densitometry determined the presence of synthetic dyes in food. Selected terms of chromatography was carried out, which give a better separation and quality zones. Defined dye tartrazine E102, yellow "sunset" E 110, azorubine E 122, brilliant blue FCF E133. A significant excess of the recommended doses of synthetic dyes in soft drinks and candy caramel.

Keywords: synthetic dyes, TLC, computer densitometry.

Введение

Синтетические красители используются в настоящее время чаще, чем натуральные, а область их применения чрезвычайно широка. В России разрешено к применению около 60 красителей. Синтетические красители могут быть канцерогенами, мутагенами и аллергенами. Среди синтетических красителей практически нет безвредных [1]. С химической точки зрения органические синтетические красители можно разделить на четыре класса: азокрасители (тартразин (Е102), желтый «солнечный закат» (Е110), кармуазин (Е122), пунцовый 4R (Е124), черный блестящий ВN (Е151), коричневый НТ (Е155)); триарилметановые (синий патентованный V (Е131), синий блестящий (Е133), зеленый S (Е142)); хинолиновые (хинолиновый желтый (Е104)); индигоидные красители (индигокармин (Е132)). Они обладают значительными технологическими преимуществами по сравнению с натуральными, поскольку менее чувствительны к условиям технологической переработки и хранения, а также дают яркие, легковоспроизводимые цвета [2]. Тем не менее, контроль над содержанием любого синтетического красителя в пище крайне важен, а разработка методов идентификации и определения синтетических красителей в продуктах питания стала в последнее время одной из актуальных тем. Рекомендуемые дозировки красителей в безалкогольные и алкогольные напитки: желтые и оранжевые красители – 15–30 г/т, синие и красные – 10–15 г/т [3]. Для анализа синтетических красителей, как

правило, используют методы тонкослойной хроматографии (ТСХ) (в диапазоне концентраций от 0,012 до 0,250 г/кг) [4].

Целью работы было определение синтетических красителей в безалкогольных напитках и леденцовой карамели методом ТСХ с применением компьютерной денситометрии.

Эксперимент

Объектами исследования выбраны леденцовая карамель фирмы РотФронт «Дискотека 80-х», безалкогольный негазированный напиток «Фритти Лайт Тропик», в состав которых входят синтетические красители – тартразин E102, желтый «солнечный закат» E110, азорубин E122, бриллиантовый синий FCF E133.

Экстракцию воднорастворимых красителей из конфет проводили по ГОСТ Р 52671-2006. Карамель в количестве 5 г растворяли в 10 мл дистиллированной воды, затем добавляли 10 мл насыщенного раствора сульфата аммония (высаливателя) для осаждения сахара, потом раствор пропускали через патрон для твердофазной экстракции, заполненный сорбентами (оксид алюминия, активированный уголь в соотношении 1:1) со скоростью 2 мл/мин. После этого патрон промывали 25 мл раствора ледяной уксусной кислоты массовой концентрации 10 г/дм³. Десорбцию красителей проводили 20 мл водного раствора аммиака массовой концентрации 250 г/дм³ и выпаривали на водяной бане досуха, затем остаток растворяли в 1 мл дистиллированной воды [5].

Экстракция синтетических красителей из сока: 10 мл сока пропускали через твердофазный патрон, заполненный сорбентами (оксид алюминия, активированный уголь в соотношении 1:1), патрон промывали 20 мл дистиллированной воды. Десорбцию красителей проводили также как в карамели.

Определения красителей проводили методом тонкослойной хроматографии на пластинках – «силикагель СТХ-1ВЭ». Стандартные растворы красителей и анализируемые растворы наносили микрошприцем по 1 мкл на пластинку ТСХ [6]. Пластинки после хроматографирования и высушивания сканировали на планшетном сканере. Полученные изображения обрабатывали с помощью компьютерной программы «ТСХ-менеджер». Принцип обработки графических файлов данной программой аналогичен работе двухлучевого денситометра [7].

Для построения градуировочной зависимости готовили стандартные растворы красителей из реактивов квалификации «ч.д.а.» фирмы «Lumex» г. С-Петербург (в диапазоне концентраций 0,001-0,1 мг/мл) методом последовательного разбавления из 0,1 мг/мл.

Обсуждение результатов

В основе качественных реакций на установление природы красителей лежит чувствительность натуральных красителей к изменению рН среды, в щелочной среде большинство натуральных красителей красного, синего и фиолетового цветов (антоцианы, танины) изменяют окраску: красные становятся грязно-синими или сине-зелеными, синие и фиолетовые – грязно-красными или бурыми; натуральные красители желтого, оранжевого и зеленого цвета (каротин, каротиноиды, хлорофилл) при изменении рН и после кипячения разрушаются: желтый и оранжевый обесцвечиваются, зеленый становится буро- или темно-зеленым. Окраска синтетических красителей при изменении рН не меняется [8].

Поэтому на первом этапе работы определяли наличие синтетического красителя в пробе, для этого к 2 мл сока добавляли 4 мл раствора аммиака и фиксировали изменение окраски раствора.

На втором этапе работы осуществляли экстракцию красителей из пищевых продуктов по ГОСТ Р 52671-2006.

Для определения красителей методом ТСХ были подобраны условия хроматографирования (табл.1.) Как было установлено, наилучшее разделение и качество зон получается в элюирующей системе: бутанол-этилацетат-ледяная уксусная кислота-вода (5:3:3:3) [9].

Таблица 1. Значение полярности изученных элюирующих систем

№ системы п/п	Состав системы	Соотношение компонентов	Значение полярности
1	Н-бутанол: этилацетат: ледяная уксусная кислота: вода	5:3:3:3	5.81
2	Изобутанол: ледяная уксусная кислота: вода	5:2:2	5.82
3	Этанол: н-бутанол: вода	9:2:2	5.15

Значение R_f для рассмотренных синтетических красителей представлено в таблице 2.

Таблица 2. Значение R_f для синтетических красителей

Наименование синтетического красителя	индекс	Величина R_f
Тартразин	E102	0.23±0.03
Желтый «солнечный закат»	E110	0.53±0.05
Азорубин, кармуазин	E122	0.63±0.05
Бриллиантовый синий FCF	E133	0.46±0.03

В соответствии с выбранными условиями хроматографирования было проведено определение синтетических красителей в безалкогольных напитках и леденцовой карамели. Результаты представлены в таблице 3.

Таблица 3. Содержание синтетических красителей в пищевых продуктах

Наименование пищевых продуктов	E 102	E 110	E 122	E 133
Безалкогольные напитки, мг/л	42.4±4.8	75.2±10.8	–	–
Карамель леденцовая, мг/кг	55.6±6.3	40.5±5.8	83.3±11.2	12.1±1.2

Как видно из таблицы 3, содержание красителей в исследованных пищевых продуктах колеблется от 12,1 до 83,3 мг/кг. Содержание желтого (E110) и оранжевого (E102) красителей в безалкогольных напитках превышает рекомендуемые дозировки в 1,3 – 2,5 раза; содержание красного (E122) и синего (E133) красителей в напитках и карамели превышает в 5,6 раз.

Заключение

Отработана методика определения синтетических красителей с помощью ТСХ с применением компьютерной денситометрии, которая не требует дорогостоящего оборудования и длительной пробоподготовки. Подобраны условия хроматографирования и определены красители тартразин Е 102, желтый «солнечный закат» Е 110, азорубин Е 122, бриллиантовый синий FCF Е133 в безалкогольном напитке и леденцовой карамели.

Список литературы

1. Шаулина Л.П., Корсун Л.Н. Контроль качества и безопасности пищевых продуктов и продовольственного сырья : учеб. пособие. Иркутск : Изд-во ИГУ. 2011. 111 с.
2. Маюрникова Л.А., Куракин М.С. Пищевые и биологически активные добавки: учебное пособие. Кемеровский технологический институт пищевой промышленности. Кемерово. 2006. 124 с.
3. Санитарные правила и нормы: гигиенические требования по применению пищевых добавок: [нормативное изд.] - Москва: Омега-Л. 2007. 274 с.
4. Смирнов Е.В. Пищевые красители. Справочник. СПб.: Издательство «Профессия», 2009. 352 с.
5. ГОСТ Р 52671-2006 «Продукты пищевые. Методы идентификации и определения массовой доли синтетических красителей в карамели».
6. ГОСТ Р 54491-2011 «Консервы фруктовые. Метод определения наличия хинолиновых, триарилметановых и азокрасителей».
7. Электронный ресурс: <http://www.garryc2008.narod.ru>.
8. Нечаев А.П., Болотов В.М. Пищевые красители. Пищевые ингредиенты (сырье и добавки). М.: 2001. 214 с.
9. Рудаков О.Б., Селеменев В.Ф. Физико-химические системы сорбат-сорбент-элюент в жидкостной хроматографии. Воронеж. 2003. 240 с.

Хальзова Светлана Александровна – аспирант кафедры аналитической химии ВГУ; Воронеж, тел. +7(473)220-89-32

Зяблов Александр Николаевич – к.х.н., доцент кафедры аналитической химии ВГУ; Воронеж, тел. +7(473)220-89-32

Селеменев Владимир Федорович – д.х.н., проф. заведующий кафедрой аналитической химии ВГУ; Воронеж, тел.: +7(473)220-83-62

Khalzova S.A. - postgraduate student department of analytical chemistry, Voronezh State University; Voronezh

Zyablov Alexander N. – assistant professor Chair of Analytical Chemistry Voronezh State University; Voronezh

Selemenev Vladimir F. – professor, head of Department of Analytical Chemistry, Voronezh State University, Voronezh