

ОСНОВНІ ПУБЛІКАЦІЇ

УДК 613.2-001.8 : 547.97

Т. І. МЕЛЬНИЧЕНКО

ВИЗНАЧЕННЯ СИНТЕТИЧНИХ БАРВНИКІВ У ПРОДУКТАХ ХАРЧУВАННЯ. СПОСІБ ПІДГОТОВКИ ПРОБИ

Предложен способ подготовки пробы пищевых продуктов, содержащих синтетические красители разных классов. Рассмотрены различные способы извлечения красителей из модельных растворов, а также сорбционные и эксплуатационные свойства оксида алюминия (самого перспективного сорбента для извлечения красителей). Приведены примеры подготовки пробы различных пищевых продуктов.

A method is proposed for sample preparation in case of food-stuffs containing food dyes of different classes. Diverse methods for food dyes extraction from model solutions are analyzed as well as sorption and performance properties of aluminum oxide (that is the most promising sorbent for food dyes extraction). Certain examples are given of sample preparation for different food-stuffs.

Синтетичні барвники – найбільша група харчових добавок, що застосовуються у харчовій промисловості. В залежності від хімічної структури серед них розрізняють: азобарвники (тартазин, кармазин, понсо 4R, “сонячний захід” жовтий, амарант та ін.); арилметанові (діамантовий блакитний, зелений S, патентований синій); ксантенові (ерітрозин); індигоїдні (індигокармін); хінофталонові (хіноліновий жовтий).

Барвники застосовують у харчовій промисловості для виготовлення кондитерських виробів, безалкогольних та алкогольних напоїв, морозива, десертів, сухих сніданків та інших продуктів. При додаванні синтетичних барвників у харчові продукти основною вимогою до них є нешкідливість для організму людини, оскільки першочерговими споживачами підфарбованих кондитерських виробів та безалкогольних напоїв є діти. Враховуючи, що екологічна ситуація в Україні досить складна, вживання їжі, що містить харчові добавки неприродного походження (зокрема, барвники), буде сприяти додатковому хімічному навантаженню на організм людей, особливо дітей. Отже, існує необхідність постійного санітарного нагляду за застосуванням синтетичних барвників у харчовій промисловості.

Для підфарбовування харчових продуктів законодавством кожної держави дозволяється використовувати не всі барвники з тих, які рекомендовані для харчової промисловості, що обумовлюється різними підходами до питань безпеки та іншими причинами. Тому, в першу чергу, необхідно вирішити питання про якісне визначення барвників у продуктах харчування і тільки після цього з'ясовувати питання про кількість барвника у харчовому продукті. Для виявлення барвників у продуктах харчування не один десяток років існує методика, за якою можна розрізнити синтетичні та натуральні барвники (за допомогою вовни та розчину аміаку) чи виявити заборонений до використання амарант (за допомогою розчину сульфату міді) [1].

У 70–80-ті роки минулого століття цього було цілком достатньо для здійснення санітарного нагляду за правильністю застосування барвників у харчовій промисловості, оскільки згідно з чинним законодавством дозволеними до використання були тільки два синтетичні барвники – індигокармін і тартазин [2]. У 90-ті роки минулого століття ситуація змінилася. Для надання привабливого вигляду харчовим продуктам все частіше розпочали застосовувати різноманітні синтетичні барвники та їх суміші. У цих умовах виконання санітарного нагляду існуючими методами контролю стало досить проблематичним.

Сьогодні для визначення синтетичних барвників у харчових продуктах можуть бути застосовані методи, які широко використовуються для аналізу переважної більшості органічних речовин – хроматографію у тонкому шарі (ТШХ), вискоєфективну рідинну хроматографію (ВЕРХ), спектрофотометрію, паперову хроматографію, мас-спектрометрію, полярографію та деякі інші [3–10].

Кожен з цих методів має свої переваги та недоліки, а також потребує підготовки проби, що має різний ступінь складності. Підготовку проби ускладнює те, що харчові продукти є багатокомпонентними системами, складові яких можуть заважати визначенню барвників. Так, для виготовлення безалкогольних напоїв, окрім підготовленої води, використовують цукор (та його замінники), фруктові соки, ароматичні речовини, консерванти (юглон, бензоати, саліцилати, сорбати, мурашину, бензойну, сорбінову, галову, аскорбінову кислоти), спирти, гліколі, а також лимонну та ортофосфорну кислоти [11].

Головним компонентом кондитерських виробів, зокрема карамелі (льодяникової та з начинкою), драже, мармеладу, зефіру, є уварений цукор та концентрований сироп. У процесі приготування основної маси (суміші з води та цукру) вносяться інші добавки та сировина [12]. Виробництво карамелі включає такі стадії: приготування карамельного сиропу, отримання карамельної маси та її обробку, приготування начинок, формування карамелі, охолодження, загортання та фасування готової продукції. Під час уварювання карамельної маси відбувається часткова деструкція цукрози, внаслідок чого утворюється складна суміш хімічних речовин [13–17].

Процес підсилюється в присутності кислот та з підвищенням температури. При температурі понад 130 °C утворюються діоксид вуглецю, мурашина,

оцтова, триоксіглютарова, мелітова кислоти, а також ацетон, фурфурол та гумінові речовини [15]. Крім того, на різних стадіях виробництва і переробки цукру утворюються барвні речовини, які, за визначенням Г. Н. Михатової [16], не тільки підвищують кольористість готового продукту, але також заважають фільтрації та кристалізації розчинів. Причому заважати можуть не тільки компоненти продуктів харчування.

За повідомленням G. Lehmann [17], синтетичні барвники під дією аскорбінової кислоти, відновлюючих вуглеводів, оксиметилфурфуролу, ферментів, мікробіальних культур та окисників перетворюються на сполуки, що в значній мірі утруднюють проведення кількісного аналізу харчового продукту. Л. Росівал та ін. [18] пов'язують труднощі, що виникають при визначенні синтетичних барвників, із їх взаємодією з компонентами продуктів харчування.

Зважаючи на інформацію, наведену в літературних джерелах, першочерговим завданням при визначенні харчових барвників є вилучення їх з продукту харчування та концентрування.

Мета дослідження – вибір способу підготовки проби харчових продуктів, що містять синтетичні барвники. Першим етапом роботи є дослідження модельних розчинів з метою вирішення питання щодо вилучення барвників і концентрування проби. На другому етапі роботи окреслюється тактика підготовки проби окремих харчових продуктів.

Існуючі способи вилучення барвників з різних об'єктів передбачають екстракцію органічними розчинниками за певних умов, адсорбцію барвників з подальшою десорбцією та деякі інші.

Синтетичні харчові барвники, за класифікацією К. Венкатарамана [3], є водорозчинними кислотними аніонними барвниками, які містять одну або кілька сульфогруп. Тому, наведені в окремих літературних джерелах [5, 19–23] способи вилучення барвників за допомогою екстракції базуються на використанні іоногенних реагентів.

Значна частина способів вилучення барвників із харчових продуктів базується на використанні сорбентів. Відоме застосування з цією метою вовни [24, 25], але складний характер структури білкового волокна вовни може призвести до низької відтворюваності результатів адсорбції барвників, що обмежує можливість використання такої пробопідготовки для їх кількісного визначення.

Під час проведення пробопідготовки харчових продуктів Januka et al. [26] застосовували вовну, сілікагель і оксид алюмінію; вони запропонували як найбільш перспективний спосіб пробопідготовки колоночну хроматографію за умови заповнення колонок кислим оксидом алюмінію.

Використання оксиду алюмінію також запропоновано Г. І. Морозовою [27] для вилучення синтетичних барвників із безалкогольних напоїв та кондитерських виробів.

Відоме використання для вилучення барвників із харчових продуктів сефадексу [28] та полімерів [29].

Матеріали та методи дослідження

Для досліджень використано модельні розчини синтетичних харчових барвників різних класів – із вмістом барвника згідно із специфікацією:

- азобарвники – тартразин, E-102 (85 %); “сонячний захід” жовтий, E-110 (85 %); кармазин, E-122 (85 %); понсо 4R, E-124 (80 %);
- хінофталоновий барвник – хіноліновий жовтий, E-104 (70 %);
- індигоїдний барвник – індигокармін, E-132 (85 %);
- трифенілметанові барвники – діамантовий блакитний, E-133 (85 %) та зелений S, E-142 (82 %).

Вивчено сорбційні властивості оксиду алюмінію, силікагелю та мікрокристалічної целюлози щодо модельних розчинів барвників при $\text{pH} = 4\text{--}8$ і розчинів, отриманих в результаті підготовки проби харчових продуктів. Перевірено можливість екстрагування синтетичних барвників з модельних розчинів і зразків харчових продуктів.

Для виявлення речовин, що заважають проведенню аналізу, досліджували зразки незабарвленої карамелі та тієї, яка вміщувала синтетичні барвники, а також зразки мармеладу, зефіру і вафель.

Всі дослідження проводили із застосуванням спектрофотометричного методу. Оптичну густину підготовлених розчинів вимірювали у кюветах з довжиною оптичного шляху 10 мм у діапазоні довжин хвиль 330 – 670 нм.

Результати досліджень та їх апробація

Проведені дослідження процесу екстракції синтетичних барвників *n*-бутанолом з модельних розчинів показали, що зазначений спосіб є непридатним для більшості досліджуваних барвників, адже отримані результати дуже неоднорідні навіть у межах одного класу. Так, кармазин і “сонячний захід” жовтий екстрагуються з модельних розчинів ($\text{pH} = 4$, підкислювач – хлористоводнева кислота) майже повністю, а тартразин і понсо 4R за тих же умов – значно гірше (коефіцієнт розподілу становить, відповідно, 0,4 і 0,5). Не можна назвати задовільними і результати, отримані для трифенілметанових барвників (коефіцієнт розподілу дорівнює приблизно 1).

Таким чином, вилучення синтетичних барвників з харчових продуктів за допомогою екстракції можна рекомендувати тільки в окремих випадках – якщо продукти харчування містять кармазин або “сонячний захід” жовтий. Вказаний спосіб пробопідготовки застосовано нами з метою кількісного визначення кармазину в окремих зразках морозива, але він не є універсальним.

Як зазначалося в літературних джерелах, для вилучення барвників із харчових продуктів широко застосовується процес сорбції. З цією метою досліджені такі сорбенти, як оксид алюмінію, силікагель, мікрокристалічна целюлоза. Головним завданням дослідження є визначення максимальної величини сорбції барвників з різною хімічною будовою, а також встановлення максимальної величини десорбції барвників стосовно сорбентів, які мають оптимальні показники сорбції для більшості барвників. За загальновідомою методикою, адсорбент і розчин поміщають у чисту скляну ампулу, щільно закривають і струшують у термостаті, після встановлення рівноваги відбирають і аналізують зразок розчину [25].

Сорбційні властивості барвників нами досліджувалися таким чином: до модельного розчину додавали сорбент, струшували, залишали на 30–50 хв, центрифугували отриману суміш ($\omega = 3000$ об/хв), після чого вимірювали оптичну густину водної фази (розчин порівняння аналогічно готували з дистильованої води) і оптичну густину відповідного модельного розчину. За отриманими показниками розраховували величину сорбції.

За результатами досліджень виявлено, що мікрокристалічна целюлоза і силікагель не можуть застосовуватися для підготовки проби харчових продуктів, адже більшість досліджуваних барвників незалежно від рН модельного розчину дуже погано адсорбується зазначеними сорбентами. Так, у разі застосування мікрокристалічної целюлози величина сорбції становить від 3 % (тартазін, рН = 4) до 66 % (кармазін, рН = 4). За допомогою силікагелю можна адсорбувати від 1 % (“сонячний захід” жовтий, рН = 4) до 25 % (діамантовий блакитний, рН = 8).

Сорбційні властивості нейтрального оксиду алюмінію для хроматографії (попередньо дезактивованого) досліджували за тією ж методикою, яка використовувалася нами для вивчення сорбційних властивостей мікрокристалічної целюлози та силікагелю. Але, на відміну від інших досліджуваних сорбентів, при роботі з оксидом алюмінію необхідне досить тривале (50–55 хв) центрифугування через присутність дрібнодисперсної фракції оксиду алюмінію. Як відомо, внаслідок тривалого зберігання зазначеного сорбенту частинки його зазнають руйнування, в результаті чого утворюється пил [30]. Спроби позбутися менших за розміром частинок сорбенту флотацією не дозволили отримати цілком задовільний результат – тривалість центрифугування знизилась, але всього на 10–12 хв.

Разом з тим, оксид алюмінію є досить перспективним сорбентом: значення величини сорбції барвників з модельних розчинів з рН = 4 знаходяться у діапазоні від 79,4 % (зелений S) до 97,6 % (індигокармін). Величина сорбції дещо знижується для більшості барвників у разі дослідження модельних розчинів з рН = 6, за виключенням хінолінового жовтого та діамантового блакитного, величина сорбції яких підвищується на 3–5 %. Барвники не адсорбуються з модельних розчинів, які мають рН = 8, за виключенням індигокарміну (величина сорбції 7,8 %), діамантового блакитного (14,8 %), зеленого S (20,6 %).

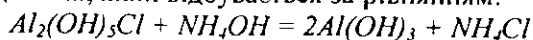
Отримані результати підтверджують можливість використання лужних розчинів, зокрема водного розчину аміаку, для десорбції барвників.

Слід зазначити, що розчини, отримані в результаті десорбції барвників, мають різний ступінь каламутності, що, безумовно, погіршує їх оптичні властивості і призводить до непрогнозованої похибки вимірювання. Використання для розчину порівняння дистильованої води, обробленої так само, як і розчини барвників, мало впливає на результати.

Максимальний ступінь вилучення барвників з модельних розчинів – від 67 % (діамантовий блакитний) до 91 % (“сонячний захід” жовтий) спостерігається при проведенні десорбції розчином аміаку та за умови, що процес сорбції відбувався в кислому середовищі. Разом з тим, значення ступеня ви-

лучення, отримані при десорбції синтетичних харчових барвників, можуть бути завищеними через незадовільні оптичні властивості отриманого розчину – за рахунок розсіювання світла дрібними частинками, що вказує на неможливість використання цього сорбенту з метою підготовки проби для кількісного визначення барвників.

Для виявлення та усунення причин отримання розчинів барвників, не придатних для проведення кількісної оцінки, необхідне детальне вивчення властивостей оксиду алюмінію. Зазначений сорбент протягом останніх п'ятидесяти років привертая значну увагу багатьох дослідників, результати праці яких наведено в окремих літературних джерелах [25, 31–33]. За даними Н. Ф. Єрмоленка та М. Д. Ефроса [31], сорбційні властивості оксиду алюмінію в значній мірі залежать від умов його отримання, а останнім часом як вихідну сировину для отримання активного оксиду алюмінію використовують основну сіль оксихлориду алюмінію $Al_2(OH)_5Cl$, яка містить 42 % Al_2O_3 і отримується з алюмінатного розчину глиноземного виробництва. Крім того, основна сіль оксихлориду алюмінію додається у кількості до 20 % під час формування гелю гідроксиду алюмінію. Важливим є також те, що основні хлориди алюмінію стійкі у середовищі з певними значеннями pH; для оксихлориду $Al_2(OH)_5Cl$ такими є $pH = 4-5$ [31]. Під час проведення десорбції барвників значення pH значно перевищують вказані, що сприяє процесу переосадження, який відбувається за рівнянням:



Очевидно, присутність гелю гідроксиду алюмінію, що утворюється при $pH = 8-9$, і є причиною поганих оптичних властивостей розчинів барвників, отриманих після десорбції.

Для вилучення синтетичних барвників із харчових продуктів J. Januka et al. [26] використовують кислий оксид алюмінію, який отримували в результаті оброблення оксиду алюмінію розчином хлористоводневої кислоти. Проведення цієї операції сприяє тому, що на поверхні сорбенту з'являються аніони кислот, які, в залежності від їх природи, утворюють ковалентний або іонний зв'язок, або зв'язок обох типів з барвниками [25]. А. А. Давидовим [32] показано, що при модифікації оксидів алюмінію іонами хлору збільшується частка електроноакцепторних центрів на поверхні зразку, що призводить до підвищення сорбційної ємності сорбенту. Разом з тим, обробка сорбенту розчином хлористоводневої кислоти не сприяє вилученню оксихлориду алюмінію, який заважає при проведенні десорбції барвників. Більше того, у разі присутності гідроксиду алюмінію у зразках сорбенту він взаємодіє з кислотою з утворенням оксихлориду алюмінію.

Слід додати, що під час низькотемпературної (до 150 °C) термообробки сорбенту для видалення адсорбованої води гідроксид алюмінію не переходить в оксид алюмінію, адже, як зазначено Н. Ф. Єрмоленком і В. С. Комаровим [33], для утворення з гідроксиду алюмінію кристалічної γ-модифікації оксиду алюмінію, що застосовується як сорбент, термообробку необхідно проводити в інтервалі (210 – 900) °C. Високоякісний сорбент отримують при температурі 425 °C [33].

Як зазначено вище, головною перешкодою для отримання розчинів із задовільними оптичними властивостями є утворення при десорбції (за певних умов) гелю гідроксиду алюмінію. Для поліпшення експлуатаційних властивостей оксиду алюмінію нами запропоновано попередню обробку оксиду алюмінію для хроматографії розчином гідроксиду натрію з масовою часткою 2–4 % – з подальшим промиванням дистильованою водою до нейтральної реакції промивних вод, після чого сорбент необхідно обробити розчином хлористоводневої кислоти з молярною концентрацією 0,4–0,6 моль/дм³. Після промивання дистильованою водою до рН = 5–6 (промивних вод) сорбент слід висушити при температурі (120±10) °С протягом 6–7 год. За умови проведення такої підготовки з оксихлориду алюмінію утворюється гідроксид алюмінію, який розчиняється в надлишку гідроксиду натрію і відмивається водою.

Вивчення сорбційних властивостей отриманого сорбенту проводили за тією самою схемою, як і звичайного оксиду алюмінію для хроматографії. Результати досліджень модельних розчинів наведено у таблиці 1, з якої видно, що застосування модифікованого оксиду алюмінію дає змогу отримати стабільні результати для барвників всіх класів.

Таблиця 1

Результати визначення ступеня вилучення синтетичних харчових барвників з модельних розчинів за допомогою модифікованого оксиду алюмінію

Назва барвника	Індекс E	Клас барвника	Ступень вилучення, %, за умови сорбції	
			pH = 6	pH = 4
Тартразин	E-102	Азобарвник	88,4±0,9	89,9±0,6
Хіноліновий жовтий	E-104	Хінофталоновий	98,9±0,2	96,7±0,7
“Сонячний захід” жовтий	E-110	Азобарвник	95,3±1,0	96,8±0,3
Кармазин	E-122	Азобарвник	87,4±0,8	86,7 ±0,4
Понсо 4R	E-124	Азобарвник	86,5±0,1	86,5±0,6
Індигокармін	E-132	Індигоїдний	87,0±0,8	89,3±0,8
Діамантовий блакитний	E-133	Трифенілметановий	82,3±0,6	79,8±0,5
Зелений S	E-142	Трифенілметановий	79,9±0,6	31,3±0,1

Крім того, результати, що отримані за умови проведення сорбції в нейтральному середовищі, практично не відрізняються (за винятком зеленого S, для якого показники, отримані при підкисленні, гірші за ті, які отримані без

підкислення) від результатів, отриманих при проведенні дослідів у кислому середовищі, що дає змогу відмовитися від попереднього підкислення проби.

Як видно з таблиці 1, ступінь вилучення барвників з водних розчинів при $\text{pH} = 6$ знаходиться у межах від 80 до 99 %, що дозволяє застосувати при підготовці проби харчових продуктів, що містять водорозчинні домішки, сорбцію барвників модифікованим оксидом алюмінію з подальшою їх десорбцією розчином аміаку.

У результаті проведення досліджень зразків харчових продуктів, що містять синтетичні барвники, зазначений спосіб підготовки проби зазнав удосконалення, внаслідок чого усунуто вплив речовин, які можуть заважати проведенню кількісного визначення барвників. Зокрема, з цією метою використано розчин ацетату свинцю, який застосовують у виробництві цукру для вилучення барвних речовин з розчину м'яса [16]. Крім того, для більш повного вилучення барвників з харчових продуктів, зокрема зефіру і вафель, запропоновано використовувати як екстрагент розчин аміаку.

Тому, в залежності від харчового продукту, спосіб підготовки проби може відрізнятися.

Приклади

Підготовка проби безалкогольного напою. За допомогою піпетки відбирають 25 см^3 напою і переносять у колбу, в яку вміщено 2 г модифікованого оксиду алюмінію і 3 см^3 води, струшують і залишають на 30 хв, знову струшують і після відстоювання водну фазу декантують. Забарвлений оксид алюмінію кількісно переносять у пробірку і промивають дистильованою водою 3–4 рази. Після промивання проводять десорбцію барвника розчином аміаку: до забарвленого оксиду алюмінію додають $4,5 \text{ см}^3$ розчину аміаку з масовою часткою 0,5 %, струшують і після відстоювання водну фазу переносять у градуйовану центрифужну пробірку, в яку внесено $0,2 \text{ см}^3$ оцтової кислоти. До оксиду алюмінію вдруге додають $4,5 \text{ см}^3$ розчину аміаку, струшують і після відстоювання водну фазу переносять в ту саму пробірку. Додають в пробірку розчину аміаку до позначки 10 см^3 . Після перемішування розчин центрифугують протягом 15 хв при 3000 об/хв і обережно переносять в іншу пробірку [34].

Підготовка проби карамелі. Наважку подрібненої карамелі масою $(5000,0 \pm 0,1) \text{ мг}$ переносять у колбу, в яку наливають 15 см^3 дистильованої води, відразу після розчинення карамелі вносять $2,5 \text{ см}^3$ розчину оцтовокислої свинцю з масовою часткою 10 %. Осад, що при цьому утворився, відділяють центрифугуванням протягом 10 хв при 3000 об/хв. Водну фазу переносять у колбу, в яку вміщено 2 г оксиду алюмінію та 3 см^3 дистильованої води, залишок двічі промивають дистильованою водою по $5\text{--}7 \text{ см}^3$, промивні води також центрифугують і переносять в ту саму колбу. Отриману суміш струшують і залишають на 30 хв, потім знову струшують і після відстоювання водну фазу декантують. Далі пробу готують так само, як і пробу безалкогольного напою [35].

Підготовка проби мармеладу. Наважку подрібненого мармеладу масою ($5000,0 \pm 0,1$) мг переносять у ступку, в яку внесено $2,5 \text{ см}^3$ розчину оцтово-кислого свинцю з масовою часткою 10 %, розтирають отриману суміш 3 хв, продовжуючи розтирати, поступово (в 4–5 прийомів) доливають 15 см^3 дистильованої води. Отриману суміш центрифугують при 3000 об/хв протягом 10 хв, водну фазу переносять у колбу, в яку вміщено 2 г оксиду алюмінію та 3 см^3 дистильованої води, залишок двічі промивають дистильованою водою по $5\text{--}7 \text{ см}^3$. Промивні води також центрифугують і переносять в ту саму колбу. Далі пробу готують так само, як і пробу карамелі [35].

Підготовка проби зефіру і вафель. Наважку зефіру або вафель масою ($5000,0 \pm 0,1$) мг переносять у ступку і розтирають, поступово (в 4–5 прийомів) доливаючи 15 см^3 розчину аміаку з масовою часткою 0,5 % (у випадку вафель – 25 см^3). Отриману суміш центрифугують при 3000 об/хв протягом 10 хв. Водну фазу переносять у конічну колбу, залишок двічі промивають розчином аміаку з масовою часткою 0,5 % – по $5\text{--}7 \text{ см}^3$. Об'єднаний центрифугат підкислюють розчином хлористоводневої кислоти (молярна концентрація – $0,5 \text{ моль/дм}^3$) до $\text{pH} = 5\text{--}6$. До отриманого розчину додають суспензію – 2 г оксиду алюмінію в 3 см^3 дистильованої води. Далі пробу готують так само, як і пробу карамелі [35].

Запропонований спосіб підготовки проби кондитерських виробів застосовують з метою отримання розчинів, придатних для кількісного визначення барвників. Для якісного визначення барвників методом паперової хроматографії (або ТШХ) можна застосовувати такий спрощений спосіб.

Підготовка проби кондитерських виробів для якісного визначення барвників. Наважку подрібнених карамелі, мармеладу, зефіру або вафель масою ($5,0 \pm 0,1$) г переносять в колбу, в яку наливають 25 см^3 розчину аміаку з масовою часткою 0,5 %, або таку ж кількість дистильованої води (у випадку карамелі). Суміш перемішують протягом 10–15 хв, потім центрифугують 10 хв при 3000 об/хв, водну фазу підкислюють розчином хлористоводневої кислоти (молярна концентрація – $0,5 \text{ моль/дм}^3$) до $\text{pH} = 5\text{--}6$. До отриманого розчину додають 1 г оксиду алюмінію, струшують і залишають на 30 хв, потім знову струшують і після відстоювання водну фазу декантують. Забарвлений оксид алюмінію переносять у центрифужну пробірку і промивають 3–4 рази дистильованою водою. До промитого оксиду алюмінію додають $0,5\text{--}1,0 \text{ см}^3$ розчину аміаку з масовою часткою 0,5 %, обережно перемішують отриману суспензію, яку потім центрифугують 10 хв при 3000 об/хв. Після центрифугування водну фазу переносять в іншу пробірку [35].

Підготовка проби безалкогольного напою виробів для якісного визначення барвників. За допомогою циліндра наливають 50 см^3 напою в колбу, додають 1 г оксиду алюмінію, струшують і залишають на 30 хв (для розчинів з високою концентрацією барвника цей час можна скоротити до 10 хв), потім знову струшують і після відстоювання водну фазу декантують. Забарвлений оксид алюмінію переносять у центрифужну пробірку і промивають

його 3–4 рази дистильованою водою. До промитого оксиду алюмінію додають 0,5–1,0 см³ розчину аміаку, обережно перемішують отриману суспензію, яку потім центрифугують 10 хв при 3000 об/хв. Після центрифугування водну фазу переносять в іншу пробірку [34].

Висновки

Таким чином, в результаті проведених досліджень запропоновано новий, нескладний у виконанні спосіб підготовки проби харчових продуктів, які містять азо-, трифенілметанові, індигоїдні та хінофталонові барвники. Вибраний спосіб – адсорбція барвника модифікованим оксидом алюмінію з подальшою десорбцією барвника розчином аміаку – дозволяє здійснити очищення і концентрування проби. Нами запропоновано також додаткові заходи, що спрямовані на підвищення ступеня вилучення барвників з харчових продуктів і усунення впливу речовин, які заважають проведенню визначення.

Список літератури

1. Методические указания по лабораторному контролю за качеством пищи. – К.: Минторговли СССР, МЗ СССР, 1975. – С. 213–215.
2. Санитарные правила по применению пищевых добавок № 1923-78. – М.: МЗ СССР, 1979. – 47 с.
3. Аналитическая химия синтетических красителей /под ред. *К. Венкатарамана*: Пер. с англ. – Л.: Химия, 1979. – 576 с.
4. *Кибардин С. А., Макаров К. Л.* Тонкослойная хроматография в органической химии. – М.: Мир, 1978. – 125 с.
5. Determinacao de corantes artificiais permitidos no Brasil en produtos alimenticios /*Bonato Pierina Sulli, Braga Gilberto Leite, Silva Hugo Candido et al.* //Rev. farm. e bioquim. Univ. Sao Paulo. – 1992. – V. 28, №1. – P. 30–42.
6. Identification of unlawful food dyes by thin-layer chromatography-fast atom bombardment mass spectrometry /*Oka H., Ikai Y., Kawamura N. et al.* // J. Chromatography. – 1994. – № 674. – P. 301–307.
7. Identification of food dyes by TLC/SIMS with a condensation technique / *Masuda K., Harada K., Suzuki M. et al.* // J. Org. Mass-Spectrom. –1989. – V. 24, № 1. – P. 74–75.
8. Хроматография на бумаге /под ред. Хайса И.М., Маеца К. – М. – 1962. – С. 660–665.
9. *Maslowska J., Janiak J.* A study of the content of synthetic food dyes in gelatin jellies //Roczniki Panstwowego Zakladu Higieny. – 1995. – V. 46, № 1. – P. 21–29.
10. Determination of synthetically colors in foodstuffs /*Ilmoja K., Ivask M., Kiis A.* using high-performance liquid chromatography /*Boley N.P., Buntten N.G., Crosby N.T. et al.* //Abstr. Int. Congr. Anal. Chem. (Moscow, June 15–21, 1997). –Vol. 2. – Moscow. – 1997. – P. R-18.
11. Сырье для производства безалкогольных напитков: Справочник /Сост. *Колесникова М. А.* – 2-е изд. – Киев: Урожай, 1992. – 240 с.

12. *Лурье И. С.* Технология кондитерского производства: Учебное пособие для спец. ср. зав. – М.: Агропромиздат, 1992. – 399 с.
13. *Писарев Н. С.* Кислоты и вопросы инверсии, гигроскопичности и цветности в карамельном производстве. – М.: Тип. ФЗУ треста "Полиграфкинг", 1938. – 150 с.
14. *Руденко В. М.* Утворення забарвлених речовин у цукровому виробництві та розробка методів його інгібування: Автореф. дис... д-ра техн. наук: 05.18.03 / Укр. Держ. Ун-т харч. технол. – Київ, 1999. – 43 с.
15. *Соколовский Л. С.* Физико-химические основы производства карамели. – 2-е изд. – М.: Пищепромиздат, 1961. – 132 с.
16. *Михатова Г. Н.* Красящие вещества в продуктах сахарного производства. – М. – 1967. – 26 с.
17. *Lehmann G.* Veränderung synthetischer Farbstoffe in Lebensmitteln //Lebensmittelchemie und Gerichte Chemie. – 1989. – В. 43, № 2. – С. 38.
18. *Росивал Л., Энгст Р., Соколай А.* Посторонние вещества и пищевые добавки в продуктах. – Москва: Легкая промышленность, 1982. – С. 120–138.
19. Extraction of sunset yellow and tartrazine by ion-pair formation with Adogen-464 and their simultaneous determination by variate calibration and derivative spectrophotometry / *Lioper-de-Alba P.L., Lioper-Martinez L., Micheliny-Rodriguez L.J. et al.* //Analyst. – 1997. – V.122, №4. – P. 1575–1579.
20. *Anderson J. R. A., Martin E. C.* The chromatographic examination of permissible food dyes //Analytica chimica Acta. – 1953. – V.8, № 6. – P. 530–537.
21. А. с. 735974 СССР, МКИ G 01 N 21/24. Способ количественного определения металлосодержащих, антрахиноновых, хромовых и катионных красителей / *Дятловицкая Ф. Г., Ботвинова Л. Е., Мактаз Э. Д., Кручинина А. А.* (СССР). – № 2485506; Заявлено 04.07.77; Опубл. 28.05.80, Бюл. № 9. – 3 с.
22. *Puttemans M.L., Dryon L., Massart D.* Extraction of organic acids by ion-pair formation with tri-n-oktylamine. Part 4. Influence of organic phase composition //Anal. Chim. Acta. – 1985. – V 178, № 2. – P. 189–195.
23. Spectrophotometric determination of single synthetic food colourin soft drinks using ion-pair formation and extraction / *Lau Oi-Way, Poon Meggi M.K., Mok Siu-Cheurg et al.* //Int. J. Food Sci and Technol. – 1995. – V. 30, № 6. – P. 793 – 798.
24. *Hamid Abdul, Sheikh Abbas-Salam, Shah F. H.* Isolation and identification of colors used in food adjunetos. //Pakistan J. Sci. and Ind. Res. – 1991. –V. 34, № 4. – P. 158–160.
25. Адсорбция из растворов на поверхностях твердых тел: Пер. с англ. / Под ред. *Г. Парфута, К. Рочестера.* – М.: Мир, 1986. – 488 с.
26. The isolation and Separation of Dyes from Foodstuffs by Column Chromatography / *Januka J., Shalon Y., Weissenberg E., Nir-Grosfeld I.* //The Analyst. – 1963. –V.88, № 1052. – P. 872–876.
27. *Морозова Г. И.* Гель-хроматографический метод избирательного извлечения синтетических красителей из пищевых продуктов //Вопросы питания. – 1975. – № 4. – С. 80 – 81.
28. Simultaneous determination of the colorants sunset jellow FCF and quinoline yellow by solid-phase spectrophotometry using partial least squares multivariate calibration / *Capitan-Vallvey L.F., Fernandez MD., de Orbe I. et al.* //Analyst. – 1997. V.122, № 4. – P. 351–354.
29. *Hernandez M. J., Moreno C. B., Perez P. J. L.* Sorption de los colorantes alimentarios //Alimentaria. 1985. – V. 22, № 167. – P. 43 – 49.

30. Лабораторная техника органической химии: Пер. с чешск. /под ред. *Б. Кейла* – М.: Мир, 1966. – 752 с.

31. *Ермоленко Н. Ф., Эфрос М. Д.* Регулирование пористой структуры окисных адсорбентов и катализаторов. – М. – 1971. – 285 с.

32. *Давыдов А. А.* ИК-спектроскопия в химии поверхности окислов. – Новосибирск: Наука, 1984. – 375 с.

33. Ионнообмен и сорбция из растворов / Под ред. *Ермоленко Н. Ф., Комарова В. С.* – Минск. – 1963. – 160 с.

34. *Катасва С. Є., Мельниченко Т. І.* Методика виконання вимірювань масової концентрації барвників Е-102, Е-104, Е-110, Е-122, Е-124, Е-132, Е-133, Е-142 у безалкогольних напоях спектрофотометричним методом МВВ 081/12-61-00. Затв. Постан. МОЗ України № 19 від 01.03.2001 р.

35. *Катасва С. Є., Мельниченко Т. І.* Методика виконання вимірювань масової частки барвників Е-102, Е-104, Е-110, Е-122, Е-124, Е-132, Е-133, Е-142 у кондитерських виробках (карамелі, мармеладі, зефірі, вафлях) спектрофотометричним методом МВВ 081/12-59-00. Затв. Постан. МОЗ України № 18 від 01.03.2001 р.

*Київська медична академія післядипломної освіти
ім. П. Л. Шупика,
04112, м. Київ, вул. Дорогожицька, 9.*

Отримано 10.11.2003.