

METODELE DE ANALIZĂ A COLORANȚILOR ALIMENTARI

J. Szöcs, Zs. Szabó-Selényi, Pál Soós

Scopul lucrării noastre este acela de a prezenta metodele de analiză pe care le-am elaborat pe baza celor existente în literatură, modificându-le în multe privințe (1) și cu ajutorul cărora colorarea alimentelor se poate executa destul de ușor.

Există două posibilități de a controla coloranții alimentari: prima e analiza coloranților alimentari propriu-ziși, iar a doua e analiza colorantului cu care s-a făcut colorarea alimentului respectiv. În primul caz, trebuie să se constate dacă coloranții alimentari folosiți în industria alimentară corespund din punctul de vedere al calității și purității, condițiilor fixate în hotărârea M.S.P.S. Nr. 704/952. În al doilea caz trebuie să se stabilească dacă substanța cu care s-a colorat alimentul analizat figurează sau nu în categoria coloranților admiși. În acest din urmă caz colorantul trebuie extras din aliment și apoi identificat.

Pentru analiza coloranților alimentari sînt indicate următoarele procedee:

1. Studiul proprietăților fizice ale coloranților;
2. Identificarea coloranților prin reacții chimice și fizico-chimice;
3. Identificarea substanțelor impure și de umplură.

Controlul alimentelor colorate se face tot cu ajutorul acestor procedee, dar numai după ce colorantul s-a extras din alimente.

1. Studiul proprietăților fizice ale coloranților alimentari.

Acest studiu cuprinde atât analiza culorii și solubilității colorantului, cât și așa-numita probă de colorare.

a) Culoarea coloranților și a soluțiilor lor apoase (0,1—0,05%) o examinăm la lumină naturală și ultravioletă (1, 2, 3, 4, 5, 6).

b) Solubilitatea o examinăm în apă distilată, în alcool, alcool amilic și eter, precum și în diferite amestecuri de solvenți, în mediu acid sau alcalin (7). În acest din urmă caz procedăm astfel: la un amestec de 1 ml alcool amilic și 1 ml acid clorhidric 10%, adăugăm 8—10 picături dintr-o soluție de colorant 0,05%, apoi agităm și după separarea straturilor de lichid observăm culoarea acestora. Analiza trebuie efectuată nu numai cu acid clorhidric, ci și cu hidroxid de amoniu 10% și cu acid sulfuric 10% și 1%.

c) Cu ajutorul probei de colorație (4, 5, 6) se poate constata dacă coloranții sînt de gudron, sau de altă origine. Pentru colorare se folosește lînă impregnată sau lînă pură. Impregnarea lînii se face în modul următor: într-o soluție obținută prin dizolvarea la cald a 1 g de $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ și 4 g de hidrotartrat de potasiu în 250 ml apă se introduc 10 g fire de lînă albă degresată în eter, ținindu-se timp de o oră în baie marină. Apoi firele se scot, se spală ușor cu apă rece și se usucă la temperatura camerei.

Se prepară o soluție de 0,05% din colorantul a cărui analiză se face, într-o cantitate de cca 40—50 ml și se acidulează prin adăugarea a 2 ml de acid acetic glacial. Soluția se împarte în două, introducându-se în prima jumătate un fir de lînă neimpregnat, iar în cealaltă unul impregnat. Ambele soluții se țin timp de 30 de minute în baie de apă fierbinte, după care firele se scot, se spală cu apă rece și se usucă la temperatura camerei. Culoarea firelor se cercetează la lumină naturală și ultravioletă. Dacă lîna nu se colorează, colorantul analizat nu e gudronic.

2. Identificarea coloranților prin reacții chimice și fizico-chimice.

Identificarea cu ajutorul reacțiilor chimice se poate efectua folosind fie o soluție apoasă a colorantului (0,1%), fie colorantul în formă de praf. Sînt caracteristice reacțiile de culoare pe care le dau soluțiile cu acid clorhidric 10%, cu hidroxid de potasiu 10% și cu hidroxid de amoniu 10%. În acest scop, la cîte 10 ml de soluție din colorantul analizat se adaugă 1—2 ml soluție de HCl, NaOH sau NH_2OH 10%, observînd apoi colorarea sau precipitatul ce apare.

Coloranții dau reacții caracteristice sub acțiunea unor substanțe reducătoare, apoi din nou sub aceea a unor oxidanți. Ca substanță reducătoare utilizăm praful de Zn în mediu acid, care decolorează numai coloranții azoici. Ca oxidant întrebuițăm oxigenul din aer sau trioxidul de crom în soluție de acid sulfuric 1%. Oxidarea ulterioară o efectuăm pe hîrtie de filtru.

Una din cele mai caracteristice metode de identificare e reacția pe care o dă praful de colorant cu acidul sulfuric concentrat. Dacă analizăm coloranți în soluții, atunci acestea trebuie evaporate în prealabil în baie de apă. Reacția cu acid sulfuric e foarte sensibilă și necesită o cantitate minimă de colorant. Analiza o facem într-o capsulă de porțelan, adăugînd la colorantul în formă de praf cîteva picături de acid sulfuric concentrat. După ce observăm reacția de culoare ce s-a produs, pipetăm 1—2 ml apă distilată, urmărind din nou culoarea sau precipitatul ce apare.

b) Identificarea coloranților prin reacții fizico-chimice și separarea amestecurilor de coloranți, se efectuează cu ajutorul analizei capilare și al metodei cromatografice.

La analiza capilară întrebuițăm metoda Rutter (8), pe care o aplicăm în modul următor: tăiem pe traiectul razei pînă la centru dintr-o hîrtie de filtru circulară de fabricație Scheicher-Schüll sau Ederol, o fișie lată de cca 3—5 mm, pe care o îndoim. Preparăm din colorant o soluție apoasă de 0,1%, din care cu ajutorul unui capilar pipetăm cîteva picături pe centrul hîrtiei pînă se formează o pată cu un diametru de cca. 5—6 mm. Așezăm apoi hîrtia de filtru deasupra unei cești Petri care conține apă distilată, în așa fel încît capătul liber al fișiei să ajungă în apă. Acoperim ceașca. Repetăm analiza, folosind în loc de apă acid acetic 10% și hidroxid de amoniu 10%. Sub influența solventului ce se adsorbe în hîrtie, coloranții se deplasează, așezîndu-se concentric la distanțe diferite, în funcție de solubilitatea și capacitatea lor de adsorbție.

Această metodă face posibilă separarea amestecurilor de coloranți. Tăiem inelele concentrice, dizolvăm coloranții din ele și facem identificarea aplicând procedeele amintite mai sus.

Pentru identificarea coloranților și amestecurilor de coloranți necunoscuți, cea mai adecvată metodă e cea a cromatografiei pe hirtie. (9, 10, 11). Experiența arată că cea mai corespunzătoare e metoda lui Thaler (12) pe care, după ce am modificat-o, o folosim în institutul nostru la identificarea coloranților admiși. Determinarea se face prin obișnuita metodă cromatografică ascendentă, pe hirtie de filtru Whatman I sau pe altă hirtie corespunzătoare analizei cromatografice. Solventul ce se folosește e hidroxidul de amoniu 10%, conținând sulfat de amoniu 1%. Concentrația colorantului e de 01—0,2%. Pe hirtia de filtru nivelul solventului se urcă în răstimp de 2—3 ore pînă la o înălțime de 15—20 cm, iar coloranții se siluează la înălțimi diferite, potrivit solubilității și compoziției lor chimice. În interesul identificării e indicat ca deodată cu coloranții ce se analizează să se cromatografeze pe aceeași hirtie și coloranții admiși. Identificăm coloranții pe baza valorii R. f. sau înînd seama de alte reacții, direct pe hirtie, sau tăind pata și dizolvînd din ea coloranții.

3. Identificarea impurităților și a substanțelor de umplutură.

Cele mai frecvente impurități ce se găsesc în coloranții alimentari sînt acidul oxalic, arsenul și metalele grele. Hotărîrea M.S.P.S. iimitează cantitatea admisibilă a acestor substanțe.

Ca substanțe de umplutură se întrebunțează clorura de sodiu, sulfatul de sodiu și glucoza. Punerea în evidență și determinarea lor cantitativă se efectuează prin metodele obișnuite.

4. Extragerea coloranților din alimente.

În acest scop se aplică diferite metode. Cea mai utilizabilă e extragerea cu ajutorul lîinii (12). Ea se bazează pe proprietatea lîinii de a adsorbi coloranții gudronici în prezența bisulfatului. Prin aceasta coloranții se pot elibera din substanțele alimentare care există în mare cantitate. Prepararea lîinii în vederea extragerii colorantului se face astfel: lîina degresată cu eter și introdusă în hidroxid de amoniu 5% se încălzește timp de 1 oră în baie de apă la 80°C, apoi amoniacul se usucă prudent prin presare.

Luăm 5—10 g dintr-un aliment care conține proteine și hidrați de carbon și le pisăm bine cu 50 ml alcool 70% în care am introdus amoniac 50%, apoi se păstrează totul pînă cînd colorantul se dizolvă. După aceea centrifugăm soluția, o dezalcoolizăm în baie de apă, îi completăm volumul cu apă pînă la 30 ml, iar după ce am adăugat 5 ml de soluție de bisulfat de potasiu 10% și cîteva fire de lînă, încălzim colorantul pînă la adsorbție. Lîina colorată o spălăm cu apă distilată și dizolvăm colorantul la cald în 30 ml de amoniac 5%. Evaporăm soluția apoi facem o soluție cu apă distilată și aplicînd una din metodele cunoscute, identificăm colorantul.

La analiza alimentelor bogate în conținut de grăsimi, facem mai întii degresarea cu eter de petrol, extragem colorantul cu apă caldă, acidulăm apoi adăugînd bisulfat și extragem în cele din urmă colorantul cu ajutorul lîinii.

Sosit la redacție: 31 martie 1959.

Bibliografie

1. SOÓS P., SZÓCS J., SZABÓ ZS.: Igiene 3. 47—55. 1957; 7. SCHULZ G.: Farbstoff tabellen, Ed. 7. Akademie Verlagsgesellschaft, Leipzig 1931; 3. ROWE F. M.: Colour index. Soc. of Dyers and Colourists. Bradford-Yorkshire, England 1924; 4. JASCHIK S., KRÄMER M.: Magy. Kémiai Folyóirat 56. 9. 1950; 5. JASCHIK S., KRÄMER M.: Magy. Kémiai Folyóirat 56. 10. 342—346. 1950; 6. JASCHIK S., KRÄMER M.: Magy. Kémiai Folyóirat 56. 11. 402—404. 1950; 7. BECK E.: Die Pharmazie 8. 514. 1957; 8. RUTTER L.: Nature 161. 435. 1935 (London); 9. JASCHIK S., KRÄMER M.: Magy. Kémiai, Folyóirat 57. 5. 1951; 10. CRAMER F.: Papierchromatographie, Verlag Chemie 1954; 11. BLOCK R., LETRANGE R., ZWEIG G.: Kromatografie na bumage Moskva 1954; 12. THALER H., SOMMER G.: Ztsch. f. Lebensmittelunters. u. Forsch. 5. 345—366. 1953.