

## Экстракционно-фотометрическое определение синтетических пищевых красителей в жидких пищевых продуктах

\**Е.М. Плешак*<sup>1</sup>, *С.М. Лещев*<sup>2</sup>, *Е.И. Полянских*<sup>1</sup>, *Л.Л. Бельшева*<sup>1</sup>, *М.Ф. Заяц*<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Научно-практический центр гигиены,  
Республика Беларусь, 220012, г. Минск, ул. Академическая, 8  
<sup>2</sup>Белорусский государственный университет,  
Республика Беларусь, 220050, г. Минск, ул. Ленинградская, 14

\*Адрес для переписки: Екатерина Михайловна Плешак, E-mail: [epleshak@mail.ru](mailto:epleshak@mail.ru)

Поступила в редакцию 14 мая 2020 г., после исправлений – 28 июля 2020 г.

На территории государств-членов Евразийского экономического союза действуют требования Технического регламента Таможенного союза 029/2012 «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств», согласно которым 13 синтетических красителей (СК) разрешены к применению в пищевой продукции на уровне 50-500 мг/кг. Изучена экстракция пищевых синтетических кислотных красителей (Е 102, Е 104, Е 110, Е 122, Е 123, Е 124, Е 127, Е 128, Е 129, Е 131, Е 132, Е 133, Е 142, Е 143, Е 151, Е 155) из водных растворов органическими растворителями и растворами триоктилметиламмоний хлорида (ТОМАХ) в толуоле и хлороформе. Определение красителей в равновесных фазах проводили методом фотометрии. Установлены коэффициенты распределения ( $D$ ) и степени извлечения ( $R$ , %) СК в различных экстракционных системах. Показана принципиальная возможность селективного извлечения органическими растворителями (хлороформ, изоамиловый спирт) красителя Е 127 ( $D > 24$ ,  $R > 96$  %), запрещенного для использования. В меньшей степени извлекается Е 104 ( $D = 1$ ,  $R = 50$  %) изоамиловым спиртом. Растворы ТОМАХ в хлороформе и толуоле с концентрацией  $1 \cdot 10^{-2}$  М количественно извлекают изученные СК из водных растворов с концентрацией  $2 \cdot 10^{-4}$  М. Растворы ТОМАХ в хлороформе более эффективны. Предложен способ количественного определения СК в жидких пищевых продуктах (соки, напитки, вина и др.), основанный на предварительном извлечении Е 127 и окрашенных гидрофобных примесей хлороформом, удалении Е 104 изоамиловым спиртом, последующем извлечении оставшихся СК раствором ТОМАХ в хлороформе и фотометрировании экстракта. Правильность разработанного экстракционно-фотометрического способа определения СК в пищевых продуктах подтверждена методом ВЭЖХ – ДАД.

**Ключевые слова:** синтетические красители, экстракция, жидкий ионообменник, пищевые продукты, триоктилметиламмоний хлорид, коэффициент распределения, ВЭЖХ.

For citation: *Analitika i kontrol'* [Analytics and Control], 2020, vol. 24, no. 3, pp. 186-194

DOI: 10.15826/analitika.2020.24.3.004

## Extraction-photometric determination of synthetic food dyes in liquid food products

\**Y.M. Pliashak*<sup>1</sup>, *S.M. Leshev*<sup>2</sup>, *A.I. Palianskikh*<sup>1</sup>, *L.L. Belysheva*<sup>1</sup>, *M.F. Zayats*<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Scientific Practical Center of Hygiene, ul. Akademicheskaya, 8, Minsk, 220012, Republic of Belarus  
<sup>2</sup>Belarusian State University, ul. Leningradskaya, 14, Minsk, 220050, Republic of Belarus

\*Corresponding author: Yekatsiaryna M. Pliashak, E-mail: [epleshak@mail.ru](mailto:epleshak@mail.ru)

Submitted 14 May 2020, received in revised 28 July 2020

Technical Regulations of the Customs Union 029/2012, «Safety requirements of food additives, flavorings and processing aids», apply on the territory of the Eurasian Economic Union member states. According to it, the 13 synthetic dyes (SD) can be used in food products at the level of 50-500 mg/kg. The extraction

of food synthetic acid dyes (E 102, E 104, E 110, E 122, E 123, E 124, E 127, E 128, E 129, E 131, E 132, E 133, E 142, E 143, E 151, E 155) from the aqueous solutions with organic solvents and solutions of trioctyl methylammonium chloride (TOMAC) was studied. The determination of the dyes content in the phases was performed by photometry, the estimated parameters were the distribution coefficient ( $D$ ) and the degree of extraction ( $R$ , %). The principle possibility of selective extraction by organic solvents (chloroform, isoamyl alcohol) of the E 127 dye ( $D > 24$ ,  $R > 96$  %), prohibited for use by the Technical Regulations of the Customs Union 029/2012, was shown. To a lesser extent, E 104 ( $D = 1$ ,  $R = 50$  %) was extracted with isoamyl alcohol. Chloroform and toluene solutions of TOMAC with the concentration of  $1 \cdot 10^{-2}$  M quantitatively extract the studied SD from the aqueous solutions with the concentration of  $2 \cdot 10^{-4}$  M, but chloroform was the most effective. Based on the obtained data, the method for the quantitative determination of SD in liquid food products (juices, beverages, wines, etc.) was proposed. It consisted of the preliminary E 127 removal with chloroform and colored hydrophobic impurities, subsequent E 104 removal with isoamyl alcohol followed by the extraction of the remaining SD using the chloroform solution of TOMAC, and photometry of the extract. The conducted studies were confirmed by HPLC – DAD method.

**Key words:** synthetic dyes, extraction, liquid ion exchanger, food products, trioctyl methylammonium chloride, distribution coefficient, HPLC.

## Введение

Развитие технологий производства пищевых продуктов предусматривает применение добавок, которые придают продуктам заданные потребительские свойства (окраска, вкус и др.), улучшают технологичность производственных процессов [1]. Одними из таких добавок являются синтетические красители (СК).

В ряде стран мира установлены гигиенические нормативы применения СК в пищевой продукции. В Республике Беларусь и на территории государств-членов Евразийского экономического союза (ЕАЭС) действуют требования Технического регламента Таможенного союза [2], согласно которым 13 СК разрешены к применению в пищевой продукции на уровне 50-500 мг/кг. При этом не допускается использование СК в детском питании, винах, какао-продуктах, чае, муке, крупах и др.

Для контроля содержания СК в пищевых продуктах необходимы универсальные, а также экспрессные способы их определения. Пищевые продукты часто содержат смесь красителей, как натуральных, так и синтетических, дисперсные примеси, поэтому прямое фотометрическое определение затруднено.

Известны способы извлечения СК из водных растворов (матриц) путем экстракции жидким ионообменником триоктиламином [3], гидрофильными растворителями различных классов с применением высаливателей [4], твердофазная экстракция, где в качестве сорбентов применяется модифицированный кремнезем [5], сорбент на основе полимера [6], сорбент на основе наночастиц [7]. Также применяется препаративная тонкослойная хроматография с целью выделения СК из пищевых матриц [8-9], извлечение красителей из пищевой матрицы с помощью водно-метанольного раствора аммиака [10].

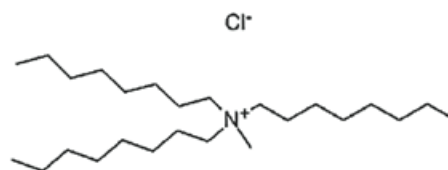
Цель работы – изучение экстракции СК из водных растворов органическими растворителями и растворами жидкого ионообменника, использование полученных результатов для разработки количественного фотометрического способа определения СК в водных матрицах.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В работе использованы следующие вещества: E 102 (тартразин, 85.0 %, AcrosOrganics); E 104 (желтый хинолиновый, 85.1 %, Chem-ImpexInternational); E 110 (желтый солнечный закат, 90.0 %, Sigma-Aldrich); E 122 (азорубин, 90.0 %, Sigma-Aldrich); E 123 (амарант 85.0 %, Sigma-Aldrich); E 124 (понсо 4R, 99.0 %, Sigma-Aldrich); E 127 (эритрозин, 86.0 %, Chem-ImpexInternational); E 128 (красный 2G, 98.0 %, Sigma-Aldrich); E 129 (красный очаровательный AC, 80.0 %, Sigma-Aldrich); E 131 (синий патентованный V, 87.44 %, Chem-ImpexInternational); E 132 (индигокармин, 89.0 %, Sigma-Aldrich); E 133 (блестящий синий FCF, 86.2 %, Chem-Impex International); E 142 (зеленый S, 86.5 %, Chem-Impex International); E 143 (зеленый прочный FCF, 96.0 %, Chem-ImpexInternational); E 151 (бриллиантовый черный PN, 82.9 %, Chem-ImpexInternational); E 155 (коричневый HT, 71.3 %, Institute of Leather Industry); TOMAX (триоктилметилламмоний хлорид, 98.0 %, Sigma-Aldrich). Формулы исследуемых СК представлены в табл. 1, а формула TOMAX – на рис. 1.

Оборудование: спектрофотометр Cary-50, хроматограф Agilent 1200, весы аналитические AC-210P, pH-метр Orion Star A111.

Использовали исходные водные растворы красителей с концентрацией  $1 \cdot 10^{-3}$  М, учитывая чистоту реактивов. Перед началом спектрофотометрического определения готовили рабочие буферные растворы красителей с концентрацией  $2 \cdot 10^{-4}$  М, при этом значения pH варьировали от 4.0 до 9.0. Применяли цитратные, фосфатные и боратные буферные рас-



**Рис. 1.** Структурная формула триоктилметилламмоний хлорида (TOMAX).

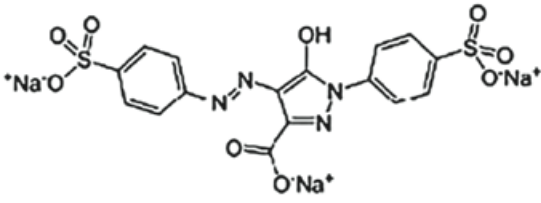
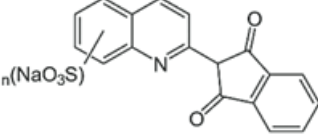
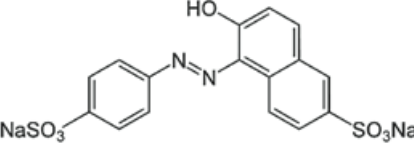
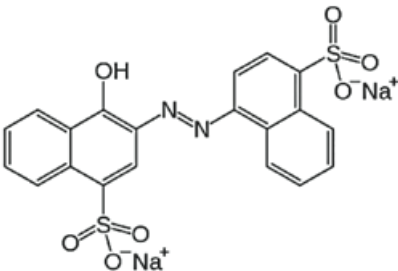
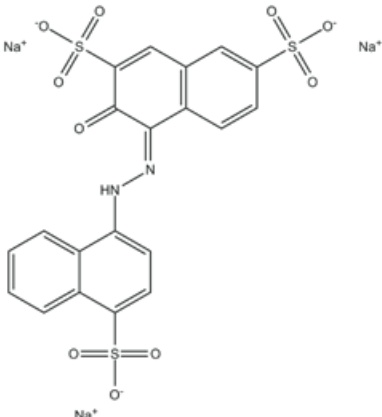
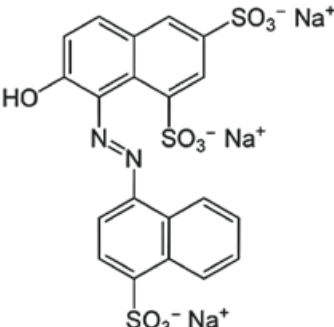
**Fig. 1.** Structural formula of trioctylmethylammonium chloride (TOMAC).

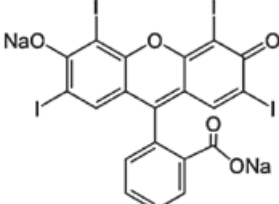
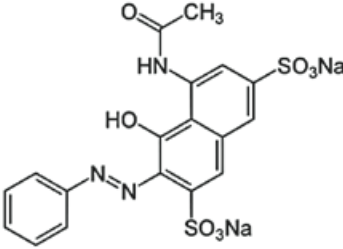
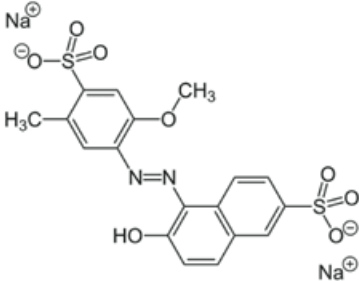
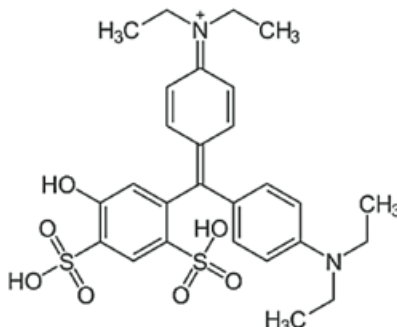
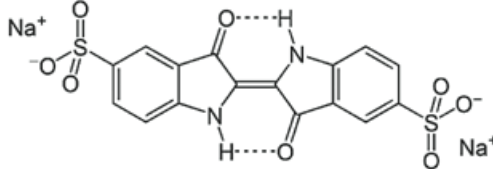
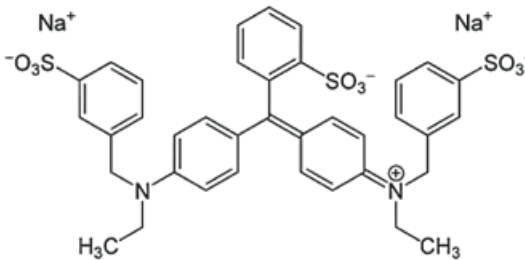
Таблица 1

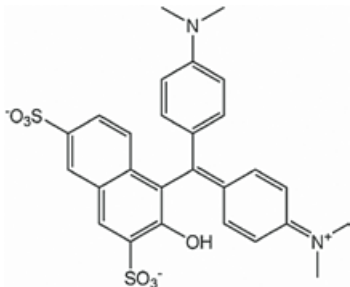
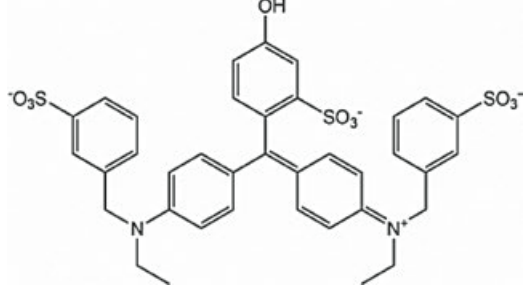
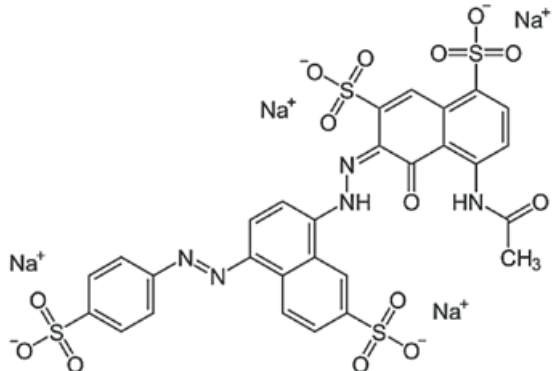
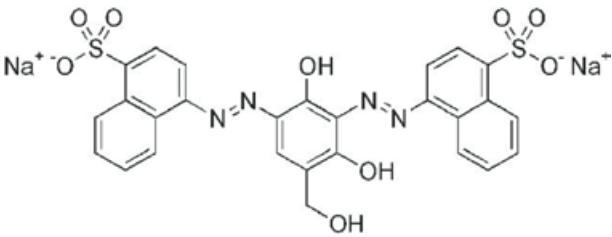
Структурные формулы и коэффициенты молярного поглощения исследуемых синтетических красителей

Table 1

Structural formulas and molar absorption coefficients of the studied synthetic dyes

Название красителя		Коэффициент молярного поглощения, $M^{-1} \cdot cm^{-1}$	Формула
E 102	Тартразин	27000	
E 104	Желтый хинолиновый	91000	
E 110	Желтый солнечный закат	46000	
E 122	Азорубин	28000	
E 123	Амарант	25000	
E 124	Понсо 4R	23000	

Название красителя		Коэффициент молярного поглощения, $M^{-1} \cdot cm^{-1}$	Формула
Е 127	Эритрозин	-	
Е 128	Красный 2G	31000	
Е 129	Красный очаровательный АС	26000	
Е 131	Синий патентованный V	110000	
Е 132	Индигокармин	25000	
Е 133	Блестящий синий FCF	73000	

Название красителя		Коэффициент молярного поглощения, $M^{-1} \cdot cm^{-1}$	Формула
E 142	Зеленый S	92000	
E 143	Зеленый прочный FCF	54000	
E 151	Бриллиантовый черный PN	42000	
E 155	Коричневый HT	30000	

**Примечание.** «-» – исследования не проводились.

творы, подготовленные согласно литературным данным [11]. Далее растворы СК концентрацией  $2 \cdot 10^{-4}$  М разбавляли еще в 10 раз до концентрации  $2 \cdot 10^{-5}$  М, регистрировали их спектры поглощения и определяли максимумы поглощения. Использовали хлороформный и толуольный растворы ТОМАХ с концентрациями  $1 \cdot 10^{-3}$ ,  $2 \cdot 10^{-3}$ ,  $5 \cdot 10^{-3}$  М.

Для экстракции СК применяли рабочий буферный раствор каждого СК с концентрацией  $2 \cdot 10^{-4}$  М и растворы ТОМАХ в хлороформе/толуоле с различными концентрациями (соотношение фаз 1 : 1). Переносили растворы в пробирку, встряхивали две минуты, отбирали водную фазу и измеряли оп-

тические плотности после экстракции. Рассчитывали коэффициенты распределения ( $D$ ) и степени извлечения ( $R$ , %) по уравнениям:

$$D = \frac{[Kp]_{орг}}{[Kp]_{вод}} = \frac{A_{исх} - A_{нз}}{A_{нз}} \cdot \frac{V_E}{V_C} \quad (1)$$

$$R = \frac{D}{D + 1} \cdot 100 \quad (2)$$

где  $[Kp]_{орг}$  и  $[Kp]_{вод}$  – равновесные концентрации красителей в органической и водной фазах;  $A_{исх}$  и  $A_{нз}$  – оптические плотности исходных и равновесных водных растворов красителей;  $V_E$  и  $V_0$  – объемы рав-

новесных водной и органической фаз, см<sup>3</sup>. Поскольку степень извлечения СК не зависит от pH растворов, поэтому результаты исследований представлены для СК, растворенных в воде без добавок.

Аналогично провели экстракцию СК изоамиловым спиртом в отсутствие ТОМАХ, рассчитали значения оценочных параметров.

Для количественного определения СК готовили серию стандартных растворов красителей и строили градуировочный график, установили значения коэффициентов молярного поглощения ( $\epsilon$ ) (табл. 1).

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Для проверки возможности экстракции части СК или сопутствующих примесей более активным растворителем хлороформом провели холостой опыт. Использовали водные растворы СК с концентрацией  $2 \cdot 10^{-4}$  М и хлороформ (соотношение фаз 1 : 1). Установлено, что красители (за исключением Е 127) практически не извлекаются хлороформом ( $D \leq 0.015$ ,  $R \leq 1.5$  %). Значения для Е 127 (рН = 5.7) составили  $D > 40$ ,  $R > 97$  %, поэтому применение данного растворителя дает возможность отделить Е 127 от остальных СК.

Установлено, что коэффициенты распределения почти всех красителей в случае экстракции изоамиловым спиртом очень низкие. Исключение составляет краситель Е 127, который наиболее эффективно извлекается в виде ионного ассоциата с натрием ( $D = 24$ ,  $R = 96$  %) вследствие его высокой гидрофобности. В меньшей степени извлекается Е 104 ( $D = 1$ ,  $R = 50$  %). В связи с полученными данными можно предложить способ определения Е 127 и Е 104 в винах, соках: к анализируемой пробе добавляю равный объем изоамилового спирта, фиксируют изменение окраски органической фазы.

Хлороформ является СН-кислотой, способной эффективно сольватировать ионы с высокой плотностью отрицательного заряда и уменьшать эффективность обмена гидрофильных ионов на гидрофобные, поэтому следует ожидать большей эффективности использования толуола как растворителя ТОМАХ по сравнению с хлороформом, потому что хлорид-ион более гидрофилен по сравнению с сульфат-анионом [12] и тем более с крупными анионами красителей.

Процесс извлечения СК из водных растворов с помощью ТОМАХ представляет анионообменную экстракцию:



где  $n$  – заряд аниона красителя,  $\text{Kp}^{n-}$  – анион красителя,  $\text{An}^-$  – противоион,  $\text{Kat}^+$  – крупный гидрофобный катион.

Сравнительный анализ табл. 2 и 3 показал, что хлороформные растворы ТОМАХ, за редкими исключениями (например, Е 102), эффективнее

обменивают хлорид-ион на анионы красителей, чем толуольные растворы. Это обусловлено как большим количеством ионогенных групп в молекулах красителей, так и наличием в них множества сольватируемых хлороформом центров (гидроксигруппы, диазогруппы, бензолные кольца). Изменение концентрации ТОМАХ с  $2 \cdot 10^{-3}$  М до  $1 \cdot 10^{-2}$  М увеличивает экстракционную способность СК вне зависимости от органического растворителя, даже при малых концентрациях ионообменника наблюдаются большие значения  $D$ .

Большинство СК эффективно извлекаются хлороформным раствором ТОМАХ с концентрацией

**Таблица 2**

Коэффициенты распределения и степени извлечения при экстракции СК растворами ТОМАХ в хлороформе ( $n = 3$ ,  $p = 0.95$ ,  $t = 4.3$ )

**Table 2**

Coefficients of distribution and degrees of extraction during the extraction of SD with TOMAC solutions in chloroform ( $n = 3$ ,  $p = 0.95$ ,  $t = 4.3$ )

Краситель	Концентрация ТОМАХ, М	$D$	$R$ , %
Е 102	$1 \cdot 10^{-2}$	$40 \pm 9$	98
	$5 \cdot 10^{-3}$	$12 \pm 3$	92
	$2 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \pm 0,3$	60
Е 104	$5 \cdot 10^{-3}$	$140 \pm 13$	99
	$2 \cdot 10^{-3}$	$80 \pm 10$	99
Е 110	$5 \cdot 10^{-3}$	$100 \pm 12$	99
	$2 \cdot 10^{-3}$	$40 \pm 7$	98
Е 122	$5 \cdot 10^{-3}$	$120 \pm 30$	99
	$2 \cdot 10^{-3}$	$10 \pm 2$	91
Е 123	$5 \cdot 10^{-3}$	$90 \pm 3$	99
	$2 \cdot 10^{-3}$	$40 \pm 7$	98
Е 124	$5 \cdot 10^{-3}$	$90 \pm 8$	99
	$2 \cdot 10^{-3}$	$40 \pm 13$	98
Е 128	$2 \cdot 10^{-3}$	$130 \pm 2$	99
Е 129	$5 \cdot 10^{-3}$	$130 \pm 3$	99
	$2 \cdot 10^{-3}$	$14 \pm 3$	93
Е 131	$5 \cdot 10^{-3}$	$130 \pm 28$	99
	$2 \cdot 10^{-3}$	$80 \pm 13$	99
Е 132	$1 \cdot 10^{-2}$	$80 \pm 3$	99
	$5 \cdot 10^{-3}$	$20 \pm 2$	95
	$2 \cdot 10^{-3}$	$1,0 \pm 0,1$	49
Е 133	$1 \cdot 10^{-2}$	$90 \pm 3$	99
	$5 \cdot 10^{-3}$	$70 \pm 2$	99
	$2 \cdot 10^{-3}$	$28,0 \pm 0,4$	97
Е 142	$1 \cdot 10^{-2}$	$110 \pm 9$	99
	$5 \cdot 10^{-3}$	$39,5 \pm 0,2$	98
	$2 \cdot 10^{-3}$	$30 \pm 1$	97
Е 143	$5 \cdot 10^{-3}$	$140 \pm 6$	99
	$2 \cdot 10^{-3}$	$80 \pm 10$	99
Е 151	$2 \cdot 10^{-3}$	$120 \pm 2$	99
Е 155	$1 \cdot 10^{-2}$	$110 \pm 7$	99
	$5 \cdot 10^{-3}$	$70 \pm 2$	99
	$2 \cdot 10^{-3}$	$40 \pm 7$	98



Таблица 3

Коэффициенты распределения и степени извлечения при экстракции СК растворами ТОМАХ в толуоле ( $n = 3$ ,  $p = 0.95$ ,  $t = 4.3$ )

Table 3

Coefficients of distribution and degrees of extraction during extraction of SD with TOMAX solutions in toluene ( $n = 3$ ,  $p = 0.95$ ,  $t = 4.3$ )

Краситель	Концентрация ТОМАХ, М	$D$	$R$ , %
E 102	$5 \cdot 10^{-3}$	$110 \pm 9$	99
	$2 \cdot 10^{-3}$	$32 \pm 3$	97
E 104	$5 \cdot 10^{-3}$	$110 \pm 11$	99
	$2 \cdot 10^{-3}$	$10 \pm 2$	91
E 110	$1 \cdot 10^{-2}$	$80 \pm 3$	99
	$5 \cdot 10^{-3}$	$7 \pm 2$	88
	$2 \cdot 10^{-3}$	$6 \pm 1$	86
E 122	$1 \cdot 10^{-2}$	$2,6 \pm 0,3$	72
	$5 \cdot 10^{-3}$	$2,2 \pm 0,1$	69
	$2 \cdot 10^{-3}$	$2,2 \pm 0,1$	69
E 123	$1 \cdot 10^{-2}$	$3,4 \pm 0,3$	77
	$5 \cdot 10^{-3}$	$3,1 \pm 0,4$	76
	$2 \cdot 10^{-3}$	$2,7 \pm 0,2$	73
E 124	$1 \cdot 10^{-2}$	$2,7 \pm 0,2$	73
	$5 \cdot 10^{-3}$	$1,7 \pm 0,4$	63
	$2 \cdot 10^{-3}$	$0,8 \pm 0,2$	44
E 128	$1 \cdot 10^{-2}$	$110 \pm 2$	99
	$5 \cdot 10^{-3}$	$22 \pm 3$	96
	$2 \cdot 10^{-3}$	$7 \pm 1$	88
E 129	$1 \cdot 10^{-2}$	$3 \pm 1$	73
	$5 \cdot 10^{-3}$	$2,3 \pm 0,3$	70
	$2 \cdot 10^{-3}$	$2,0 \pm 0,3$	67
E 131	$1 \cdot 10^{-2}$	$50 \pm 9$	98
	$5 \cdot 10^{-3}$	$20 \pm 3$	95
	$2 \cdot 10^{-3}$	$12 \pm 1$	92
E 132	$1 \cdot 10^{-2}$	$50 \pm 6$	98
	$5 \cdot 10^{-3}$	$20 \pm 3$	95
	$2 \cdot 10^{-3}$	$13 \pm 3$	93
E 133	$1 \cdot 10^{-2}$	$12 \pm 1$	93
	$5 \cdot 10^{-3}$	$8,7 \pm 0,3$	90
	$2 \cdot 10^{-3}$	$4,5 \pm 0,3$	82
E 142	$1 \cdot 10^{-2}$	$33 \pm 3$	97
	$5 \cdot 10^{-3}$	$17 \pm 1$	94
	$2 \cdot 10^{-3}$	$11 \pm 1$	92
E 143	$1 \cdot 10^{-2}$	$2,0 \pm 0,2$	67
	$5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \pm 0,2$	60
	$2 \cdot 10^{-3}$	$0,8 \pm 0,2$	44
E 151	$1 \cdot 10^{-2}$	$3 \pm 1$	76
	$5 \cdot 10^{-3}$	$2,1 \pm 0,4$	68
	$2 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \pm 0,1$	58
E 155	$1 \cdot 10^{-2}$	$60 \pm 2$	98
	$5 \cdot 10^{-3}$	$50 \pm 3$	98
	$2 \cdot 10^{-3}$	$23 \pm 2$	96

$5 \cdot 10^{-3}$  М ( $D > 90$ ,  $R > 99$  %). При концентрации  $1 \cdot 10^{-2}$  М происходит практически полное извлечение всех СК, при этом наименьшие значения  $D$  и  $R$  наблюдаются

для красителя E 102. При увеличении концентрации ТОМАХ можно достигать больших значений  $D$  и  $R$ , а также многократного концентрирования определяемых соединений.

Разработан способ определения СК в соках, винах, напитках, основанный на селективном извлечении СК из водных матриц. Селективность обусловлена тем, что природные красители (например, антоцианы) при таких условиях не извлекаются, так как их структура не позволяет участвовать в анионообменной экстракции. Все гидрофобные окрашенные примеси (например, каротиноиды), в том числе E 127, могут быть удалены с помощью хлороформа в отсутствие ТОМАХ. Согласно [2] E 127 относится к запрещенным для использования в пищевой продукции синтетическим красителям, способ позволяет отделить эритрозин от других СК.

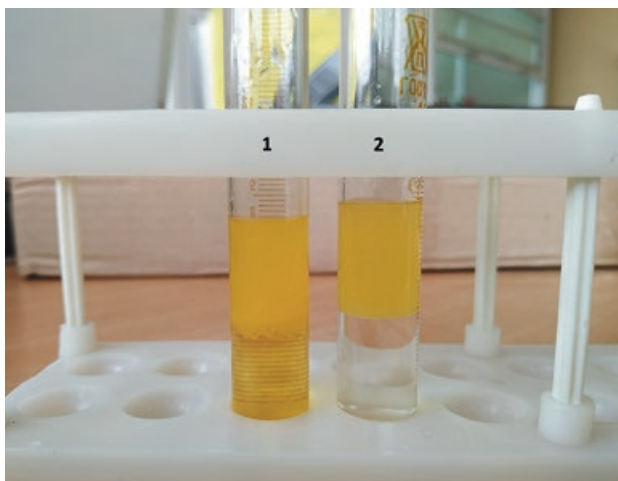
Способ включает следующие стадии:

1. Анализируемую пробу (если проба содержит осадок, то ее необходимо отфильтровать) промывают равным объемом хлороформа, хлороформный слой отделяют и проводят реэкстракцию E 127 щелочным раствором ( $pH > 9$ ). В присутствии E 127 водный раствор окрасится в красный цвет;
2. Для определения E 104 к пробе добавляют равный объем изоамилового спирта, встряхивают две минуты, фиксируют изменение окраски органической фазы;
3. Отделяют водную фазу и добавляют хлороформный раствор ТОМАХ ( $1 \cdot 10^{-2}$  М) при соотношении водная : органическая фаза от 1 : 1 до (10 – 20) : 1, встряхивают две минуты, наблюдают за изменением окраски нижней органической фазы. Нижняя фаза окрашивается, если в пробе присутствуют определяемые СК. Проводят фотометрирование хлороформного раствора.

Для всех растворов СК характерны линейные градуировочные графики с коэффициентом детерминации  $R^2 > 0.98$ . Исходя из значений  $\epsilon$ , при экстракции СК из водной фазы равным объемом хлороформного раствора ТОМАХ предел обнаружения составляет  $10^{-5} - 10^{-6}$  М, Предварительное концентрирование позволяет снизить предел обнаружения до 10 раз ( $10^{-6} - 10^{-7}$  М). Стандартное отклонение не превышает 1-2 %.

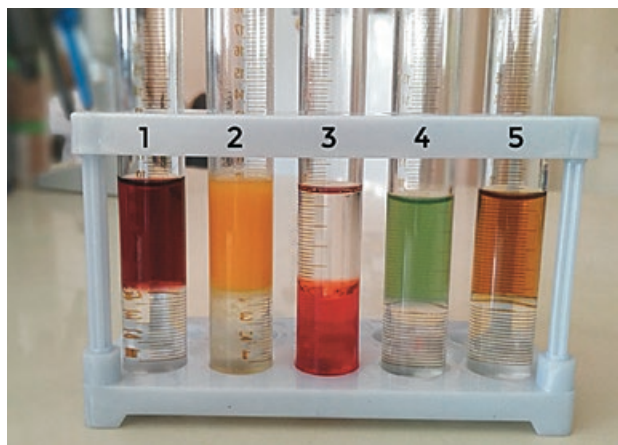
Проведена серия испытаний окрашенных жидких пищевых продуктов. В качестве примера на рис. 2 показан результат определения СК в образце напитка, содержащего, согласно упаковке, апельсиновый сок и натуральные красители – каротиноиды. Пробирка 1 – предварительная экстракция каротиноидов хлороформом, пробирка 2 – экстракция СК (экстрагент –  $1 \cdot 10^{-2}$  М раствор ТОМАХ в хлороформе, соотношение фаз = 1 : 1). Нижняя фаза в пробирке 2 не окрасилась, отсутствуют СК.

Результаты извлечения СК из различных пищевых продуктов (экстрагент –  $1 \cdot 10^{-2}$  М раствор ТОМАХ в хлороформе, соотношение фаз = 1 : 1) показаны на рис. 3. В качестве образцов использовали красное вино (1), апельсиновый сок (2), напиток с ароматом



**Рис. 2.** Определение синтетических красителей в напитке на основе апельсинового сока.

**Fig. 2.** Determination of synthetic dyes in the orange juice based drink.



**Рис. 3.** Содержание синтетических красителей в жидких пищевых продуктах.

**Fig. 3.** Content of synthetic dyes in liquid food products.

вишни (3), напиток с натуральными компонентами (4), напиток «Кока-Кола» (5). Выявлено, что образец 3 содержал синтетические пищевые красители (65 мг/кг), что не превышает установленные значения согласно [2].

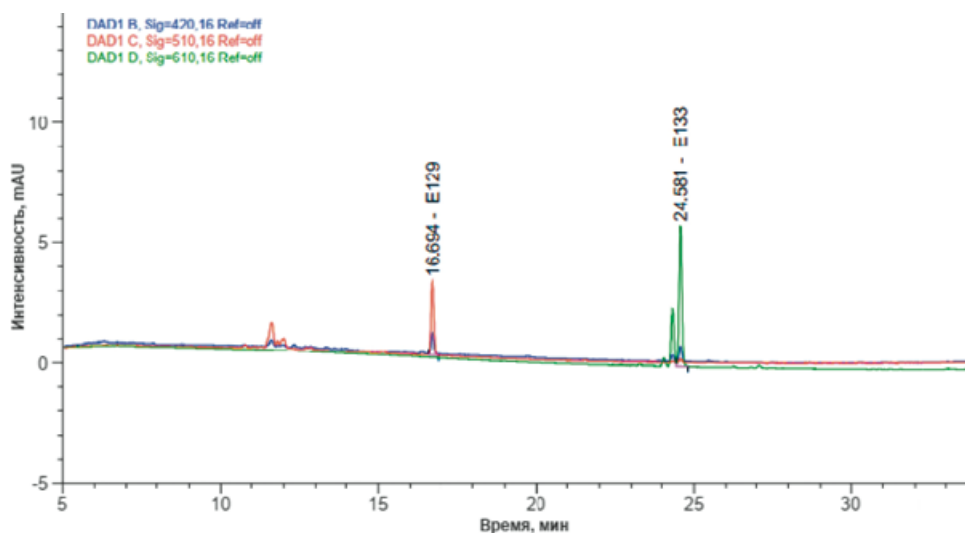
Проведенные исследования подтверждены методом ВЭЖХ – ДАД. Условия хроматографирования аналогичны приведенным в работе [10]. На рис. 4 – остаточное содержание СК в водной фазе образца сиропа после проведения экстракции с помощью раствора ТОМАХ в хлороформе. Степень извлечения красителя E 129 составила 96.6 %, E 133 – 95.3 %.

## Заключение

Хлороформные и толуольные растворы ТОМАХ извлекают изученные СК из водных растворов (хлороформные наиболее эффективно). При концентрации ТОМАХ в хлороформе  $1 \cdot 10^{-2}$  М происходит количественное извлечение всех исследованных СК ( $D > 20$ ) с концентрацией  $2 \cdot 10^{-4}$  М. На основании полученных данных предложен фотометрический способ определения СК в жидких пищевых продуктах.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Сарафанова Л.А. Пищевые добавки: энциклопедия. Изд. 2-ое. СПб.: ГИОРД, 2004. 808 с.
2. ТР ТС 029/2012. Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств. Минск, 2012. 308 с.
3. Экстракция пищевых синтетических красителей из водных растворов жидким ионообменником / Е.М. Плешак [и др.] // Весці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Сер. хім. навук. 2020. Т. 56, № 1. С. 58-66.
4. Коренман Я.И., Суханов П.Т., Губин А.С. Экстракционно-хроматографическое определение гидроксисульфосоединений // Ж. аналит. химии. 2006. Т. 61, № 1. С. 24-28.
5. Determination of 8 Synthetic Food Dyes by Solid Phase Extraction and Reversed-Phase High Performance Liquid



**Рис. 4.** Хроматограмма экстракта сиропа с ароматом фиалки.

**Fig. 4.** Chromatogram of extract of syrup with aroma violet



Chromatography / P.Z. Mazdesh [et al.] // *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*. 2016. V. 15 (1). P. 173-181.

6. Yang Y., Zhang J., Shao B. Quantitative analysis of fourteen synthetic dyes in jelly and gummy candy by ultra performance liquid chromatography // *Anal. Methods*. 2014. V. 6, № 15. P. 5872-5878.

7. Zargar B., Parham H., Hatamie A. Fast removal and recovery of amaranth by modified iron oxide magnetic nanoparticles // *Chemosphere*. 2009. V. 76, № 4. P. 554-557.

8. Determination of synthetic food dyes in commercial soft drinks by TLC and ion-pair HPLC // F.I. de Andrade [et al.] // *Food Chem*. 2014. V. 157. P. 193-198.

9. Исследование красителей, используемых в безалкогольной продукции, в целях установления природы и наименования красящего вещества / М.В. Чибисова [и др.]. М.: ЭКЦ МВД России. 2003. 39 с.

10. Методика контроля содержания синтетических красителей в пищевой продукции / Е.И. Полянский [и др.] // *Хим. безопасность*. 2019. Т. 3, № 1 (5). С. 166-181.

11. ГОСТ 4919.2-2016. Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов. М., 2018. 16 с.

12. Гулевич А.Л. Анионообменная экстракция органических анионов. Минск: ООО «Красико-принт», 2002. 118 с.

## REFERENCES

1. Sarafanova L.A. *Pishchevye dobavki: entsiklopediia* [Food additives: encyclopedia]. Saint Petersburg, GIORД, 2004. 808 p. (in Russian).

2. *TR TS 029/2012. Trebovaniia bezopasnosti pishchevykh dobavok, aromatizatorov i tekhnologicheskikh vspomogatel'nykh sredstv* [CU TR 029/2012. Safety requirements of food additives, flavorings and processing aids]. Minsk, Ekonomenergo, 2012, 308 p. (in Russian).

3. Pliashak Y.M., Leschev S.M., Palianskikh A.I., Belysheva L.L., Zayats M.F. [Extraction of food synthetic dyes from aqueous solutions with liquid ion exchanger]. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya khimichnykh navuk* [Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus, Chemical series], 2020, vol. 56, no. 1, p. 58-66. doi: 10.29235/1561-8331-2020-56-1-58-66 (in Russian).

4. Korenman Ya.I., Sukhanov P.T., Gubin A.S. Extraction-chromatographic determination of hydroxysulfo compounds. *Journal of Analytical chemistry*, 2006, vol. 61, no. 1, pp. 20-24. doi: 10.1134/S1061934806010059

5. Mazdeh F.Z., Khorrami A.R., Khatoonabadi Z.M., Aftabdari F.E., Ardekani M.R., Moghaddam G., Hajimahmoodi M. Determination of 8 Synthetic Food Dyes by Solid Phase Extraction and Reversed-Phase High Performance Liquid Chromatography. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 2016, vol. 15, no. 1, pp. 173-181. doi: 10.4314/tjpr.v15i1.24

6. Yang Y., Zhang J., Shao B. Quantitative analysis of fourteen synthetic dyes in jelly and gummy candy by ultra performance liquid chromatography. *Anal. Methods*, 2014, vol. 6, no. 15, pp. 5872-5878. doi: 1039/C4AY00371C

7. Zargar B., Parham H., Hatamie A. Fast removal and recovery of amaranth by modified iron oxide magnetic nanoparticles. *Chemosphere*, 2009, vol. 76, no. 4, pp. 554-557. doi: 10.1016/j.chemosphere.2009.02.065

8. de Andrade F.I., Florindo Guedes M.I., Pinto Vieira I.G., Pereira Mendes F.N., Salmato Rodrigues P.A., Costa Maia C.S., Marques Avila M.M., de Matos Ribeiro L. Determination of synthetic food dyes in commercial soft drinks by TLC and ion-pair HPLC. *Food Chem.*, 2014, vol. 157, pp. 193-198. doi: 10.1016/j.foodchem.2014.01.100

9. Chibisova M.V., Artamoshkina O.M., Orlova O.S. *Issledovanie krasitelei, ispol'zuemykh v bezalkogol'noi produktsii, v tseliakh ustanovleniia prirody i naimenovaniia krasiashego veshchestva* [Research of dyes used in non-alcoholic products in order to establish the nature and name of the coloring substance]. Moscow, JeKC MVD Rossii, 2003. 39 p. (in Russian).

10. Palianskikh A.I., Belyshava L.L., Fiodarava T.A., Filatchankava E.V., Pliashak Y.M. [Control procedure for synthetic dyes content in food products]. *Khimicheskaiia bezopasnost'* [Chemical safety sciences], 2019, vol. 3, no. 1, pp. 166-181. doi: 10.25514/CHS.2019.1.15013 (in Russian).

11. *GOST 4919.2-2016. Reaktivy i osobo chistye veshchestva. Metody prigotovleniia bufernykh rastvorov* [State Standard 4919.2 – 2016. Reagents and especially pure substances. Methods for preparing buffer solutions]. Moscow, Standartinform Publ., 2018. 16 p. (in Russian).

12. Gulevich A.L. *Anionoobmennaiia ekstrakttsiia organicheskikh anionov* [Anion exchange extraction of organic anions]. Минск, ООО «Красико-принт», 2002. 118 p. (in Russian).