

NOTATKA LABORATORYJNA

Anna Sykuła-Zajac, Aneta Kędra, Elżbieta Łodyga-Chruścińska

ANALIZA JAKOŚCIOWA I ILOŚCIOWA ŻÓŁCIENI POMARAŃCZOWEJ I CZERWIENI KOSZENILOWEJ W GALARETKACH DOSTĘPNYCH NA RYNKU

Instytut Podstaw Chemii Żywności Politechniki Łódzkiej
Kierownik: prof. dr hab. *S. Wysocki*

Hasła kluczowe: żółcień pomarańczowa, czerwień koszenilowa, galaretka, spektrofotometria absorpcyjna, chromatografia cienkowarstwowa.

Key words: sunset yellow, ponceau 4R, jelly, absorption spectrophotometry, thin layer chromatography.

Żółcień pomarańczowa (E 110) i czerwień koszenilowa (E 124) stanowią grupę syntetycznych barwników monoazowych i są one często stosowane w barwieniu żywności, napojów, środków leczniczych i kosmetyków (1, 2, 3, 4, 5, 6). Ogólnie, barwniki syntetyczne zawierające azowe grupy funkcyjne (N = N) i struktury pierścieni aromatycznych są szkodliwe dla zdrowia ludzkiego (7, 8, 9, 10). Według Rozporządzenia Ministra Zdrowia z dnia 18 września 2008 r. ich zawartość w napojach bezalkoholowych aromatyzowanych, lodach spożywczych, deserach, wyrobach ciastkarskich, pieczywie cukierniczym i wyrobach cukierniczych nie może przekraczać 50 mg/kg lub 50 mg/dm³ (11, 12, 13).

Celem pracy było wydzielenie żółcień pomarańczowej i czerwieni koszenilowej z próbek popularnych i ogólnie dostępnych galaretek spożywczych za pomocą kolumny chromatograficznej oraz ich analiza jakościowa metodą TLC i ilościowa metodą spektrofotometrii absorpcyjnej (14).

MATERIAŁ I METODY

Materiał badany stanowiły galaretki spożywcze o smaku truskawkowym i pomarańczowym zawierające odpowiednio czerwień koszenilową i żółcień pomarańczową. Ekstrakcję barwników z próbek deserów prowadzono na kolumnie chromatograficznej z tlenkiem glinu jako wypełnieniem. Odważoną ilość galaretki zalewano 50 cm³ wody destylowanej o temp. 50°C, mieszano do momentu całkowitego rozpuszczenia i zakwaszono do pH ok. 2,5 za pomocą kwasu solnego. Tak przygotowaną próbkę nanoszono na kolumnę chromatograficzną. W celu usunięcia substancji

przeszkadzających, jak cukier czy kwas cytrynowy kolumnę przemywano wodą destylowaną o temp. 70°C. Barwniki z kolumny eluowano mieszaniną 25% amoniaku i wody. Uzyskane eluaty zateżono, a następnie oznaczano za pomocą spektrofotometru UV-Vis (Hewlett Packard 8453) z oprogramowaniem 845x UV-Visible Chemstation. Zawartość barwników w badanych galaretkach obliczano w oparciu o sporządzone wykresy krzywych wzorcowych dla czerwieni koszenilowej $\lambda_{\max} = 506 \text{ nm}$ ($y = -0,0057 + 16085,44524x$, $R^2 = 0,9992$) i żółci pomarańczowej $\lambda_{\max} = 485 \text{ nm}$ ($y = 0,02175 + 22498,80952x$, $R^2 = 0,99682$). Pomiary widm absorpcyjnych badanych próbek galaretek wykonano przy ustalonych długościach fal w kiuwecie pomiarowej o grubości $d = 1 \text{ cm}$. Pomiary wykonano w temp. 25°C w środowisku wodnym, względem wody destylowanej jako odnośnika. W celu sprawdzenia dokładności metody oznaczania barwników wykonano badania odzysków. Statystyczna ocena wyników zawartości E 110 i E 124 w próbkach popularnych deserów pozwoliła określić ich zakres, średnią zawartość, odchylenie standardowe (SD), błąd standardowy (SE) i współczynnik zmienności (CV).

Dla potwierdzenia czy uzyskany barwnik odpowiada wzorcowi wykonano analizę jakościową za pomocą chromatografii cienkowsarstwowej (TLC). W tym celu wykorzystano płytki TLC oraz układ eluentu składający się z: octanu etylu, etanolu, dietyloaminy i wody w stosunku 55:20:10:10. Wskaźnik retencji (Rf) wzorca barwnika porównano z analizowanym barwnikiem w próbce galaretki.

WYNIKI I ICH OMÓWIENIE

W przypadku czerwieni koszenilowej zawartość barwnika w trzech analizowanych deserach przewyższała kilkakrotnie dopuszczalną dawkę (289.54, 273.68 i 230.62 mg/kg). W ostatniej (najmniej popularnej z całej gamy galaretek) ilość barwnika (E 124) była zwiększona o ok. 30 mg/kg (tab. I).

Tab e l a I. Zestawienie zawartości czerwieni koszenilowej i żółci pomarańczowej w próbkach i w 1 kg galaretek
Tab l e I. Content of Ponceau 4R and Sunset Yellow in the samples and in 1 kg of product

Nr galaretki		Masa próbki (g)	A	Zawartość barwnika w próbce (mg)	Zawartość barwnika w 1 kg galaretki \pm SD (mg)	SE (mg/kg)	CV (%)
Czerwień koszenilowa	1	0,5	0,39252	0,1486	289,54 \pm 3,82	2,20	1,32
	2		0,38030	0,1446	273,68 \pm 2,69	1,55	0,98
	3		0,31264	0,1188	230,62 \pm 12,49	7,21	5,42
	4		0,10846	0,0412	78,54 \pm 0,87	0,50	1,11
Żółcień pomarańczowa	1	1,0	0,3987	0,7745	75,96 \pm 1,80	1,04	2,35
	2		0,4835	0,094	90,50 \pm 0,21	0,15	0,23
	3		0,4218	0,082	78,80 \pm 0,13	0,095	0,16
	4		0,4130	0,0803	67,59 \pm 0,30	0,21	0,44

Zawartość barwnika (E 110) również przekraczała dawkę 50 mg/kg, tj. (75,96; 90,50; 78,80; 67,59 mg/kg), chociaż w porównaniu do czerwieni koszenilowej przekroczone wartości nie były tak drastyczne.

Galaretki znanych i cenionych firm odznaczały się stosunkowo dużą ilością badanych barwników syntetycznych. Jedynie w przypadku galaretek 4, z tej samej firmy, ilości barwników były najmniejsze, co potwierdzono również wizualnie.

W celu sprawdzenia dokładności metody wykonano badanie odzysków, które wynosiły odpowiednio dla czerwieni koszenilowej 89%, a dla żółcieni pomarańczowej 102%. Dla czerwonego barwnika wartość ta nie mieściła się w kryterium akceptacji (95–105%).

Do oceny jakościowej barwników zastosowano metodę chromatografii cienko-warstwowej. W każdym analizowanym przypadku potwierdziła ona obecność czerwieni koszenilowej i żółcieni pomarańczowej w badanych galaretkach. Wskaźnik retencji (R_f) analizowanego barwnika w danej próbce był identyczny ze wskaźnikiem retencji wzorca barwnika.

A. Sykuła-Zajac, A. Kędra, E. Łodyga-Chruścińska

QUALITATIVE AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF SUNSET YELLOW
AND PONCEAU 4R IN JELLY ON THE MARKET

PIŚMIENNICTWO

1. *Sayar S., Özdemir Y.*: First derivative spectrophotometric determination of Ponceau 4R, Sunset Yellow and Tartrazine in confectionery products, *Food Chem.*, 1998; 61, 3: 367-372. – 2. *Nevado J.J., Cabanillas C.G., Salcedo A.M.*: Simultaneous spectrophotometric determination of three food dyes by using the first derivative of ratio spectra, *Talanta*, 1995; 42: 2043–2051. – 3. *Nevado J.J., Flores J.R., Llerena M.J.*: Simultaneous determination of Tartrazine, Sunset yellow, and Ponceau 4R in commercial products by partial least squares and principal component regression multivariate calibration methods, *Fresenius J. Anal. Chem.*, 1998; 361: 465–472. – 4. *Al-Degs Y.S.*: Determination of three dyes in commercial soft drinks using HPLC and liquid chromatography, *Food Chem.*, 2009; 117: 485–490. – 5. *García-Falcón M.S., Simal-Gándara J.*: Determination of food dyes in soft drinks containing natural pigments by liquid chromatography with minimal clean-up. *Food Control*, 2005; 16: 293–297. – 6. *Ni Y., Gong X.*: Simultaneous spectrophotometric determination of mixtures of food colorants, *Anal. Chim. Acta*, 1997; 354: 163-171. – 7. *Ni Y., Wang Y., Kokot S.*: Simultaneous kinetic spectrophotometric analysis of five synthetic food colorants with the aid of chemometrics, *Talanta*, 2009; 78: 432–441. – 8. *Calbiani F., Careri M., Elviri L., Mangia A., Pistarà L., Zagnoni I.*: Development and in-house validation of a liquid chromatography–electrospray–tandem mass spectrometry method for the simultaneous determination of Sudan I, Sudan II, Sudan III and Sudan IV in hot chilli products. *J. Chromatogr. A*, 2004; 1042: 123-130. – 9. *Dłużewska E., Gasik A.*: Barwniki do żywności trudności z ich doбором i stosowaniem. *Przemysł Spożywczy*, 2009; 5: 10-14. – 10. *Gasik A., Mitek M.*: Syntetyczne barwniki organiczne w technologii żywności, *Przemysł Spożywczy*, 2007; 8: 48-53.

11. Rozporządzenie Ministra Zdrowia z dnia 18 września 2008 r. w sprawie dozwolonych substancji dodatkowych (Dz. U. z dnia 3 października 2008 r.). – 12. *Ptasińska J.*: Przepisy prawne regulujące stosowanie dodatków do żywności. *Zeszyty Naukowe Akademii Ekonomicznej w Krakowie, Katedra Towaroznawcza Żywności*, 2005; 678: 77-87. – 13. *Gajda-Wyrębek J.*: Przewodnik po najnowszych przepisach dotyczących substancji dodatkowych, aromatów i enzymów, *Przemysł Spożywczy*, 2009; 5: 8-9. – 14. *Praca zbiorowa pod redakcją J. Masłowskiej*: Instrumentalne metody identyfikacji i oznaczania składników żywności, Wydawnictwo Politechniki Łódzkiej, Łódź, 1998; 931: 138-154.