

Сидорова Л.П.
доцент кафедри аналітичної хімії
Дніпровський національний університет
імені Олеся Гончара
м. Дніпро, Україна

ОДНОЧАСНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ СИНТЕТИЧНИХ БАРВНИКІВ Е 102 ТА Е 110 У СУМІШІ ПО ПЕРШІЙ ПОХІДНІЙ

Розроблена спектрофотометрична методика для одночасного визначення вмісту синтетичних харчових барвників Е110 Жовтий «сонячний захід» та Е102 Тартразин у сумішах по першій похідній. Методика перевірена на модельних сумішах і застосована для визначення вмісту барвників у медичних препаратах. Похибка не перевищує 9%. Визначено кількісний вміст барвників Е110 и Е 102 у лікарських препаратах «Нітроксолін» та «Стрепсілс».

Ключові слова: синтетичні барвники, тартразин, жовтий «сонячний захід», похідна спектрофотометрія, лікарські препарати.

Сидорова Л.П. ОДНОВРЕМЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЕ СИНТЕТИЧЕСКИХ КРАСИТЕЛЕЙ Е 102 И Е 110 В СМЕСИ ПО ПЕРВОЙ ПРОИЗВОДНОЙ. Предложена спектрофотометрическая методика для одновременного определения содержания пищевых красителей Желтый «солнечный закат» Е110 и Тартразин Е102 в смеси по первой производной. Методика проверена на модельных смесях и применена для определения содержания красителей в медицинских препаратах. Погрешность не превышает 9%. Определены содержание красителей Е110 и Е 102 в лекарственных препаратах «Нитроксолин» и «Стрепсилс».

Ключевые слова: синтетические красители, тартразин, желтый «солнечный закат», производная спектрофотометрия, лекарственные препараты.

Larisa P. Sidorova SIMULTANEOUS DETERMINATION CONTENT OF SYNTHETIC DYNAMICS E 102 AND E 110 IN THE FIRST PRODUCTION MIXTURE. The spectrophotometric method for simultaneous determination of the content of food dyes E110 and E102 in the mixture of the first derivative is proposed. The method is tested on model blends and used to determine the dye content in medical preparations. The error does not exceed 9%. The content of dyes E110 and E102 in the drugs "Nitroxoline" and "Strepsils" are determined.

Key words: synthetic dyes, tartrazine, yellow "sunset", derivative spectrophotometry, medicinal preparations.

Харчові барвники - це категорія добавок, яка в міжнародній класифікації позначається кодами від Е100 до Е199. Існує безліч різних харчових барвників, які можна класифікувати наступним чином: натуральні або природні, синтетичні або штучні. Синтетичні харчові барвники до яких відносяться жовтий «Сонячний захід» Е110 та Тартразин Е102 виробляються в різних товарних формах. Вони менш чутливі до технологічного оброблення, світла, окислювачів і змін рН, і надають яскравих, легко відтворювальних кольорів. Синтетичні барвники є термостабільними, тому забарвлений продукт можна піддавати всім необхідним технологічним операціям. Не потребують спеціальних умов зберігання, а також мають більш тривалі терміни зберігання. [1,2].

Широку різноманітність азобарвників, як правило, додають для фарбування лікарських препаратів, щоб зробити їх візуально естетичними. В організмі людини барвники можуть відновлюватися до потенційно небезпечних токсичних сполук і надати певної шкоди здоров'ю людини, тому з розвитком досліджень в області токсикології явно намітилася тенденція до обмеження їх використання у медпрепаратах [3].

Визначити індивідуальний барвник досить просто, але для того щоб збільшити різноманітність кольорів, використовують суміші барвників, і саме в цьому полягає складність аналізу. Тому контроль вмісту індивідуальних барвників у суміші важливий, а розробка методів їх ідентифікації та визначення актуальна.

Мета роботи – розробка спектрофотометричної методики для одночасного визначення вмісту синтетичних барвників у суміші по першій похідній.

Похідна спектрофотометрія - сучасний варіант спектрофотометричного методу аналізу, що знаходить все більше застосування, особливо при аналізі складних багатокомпонентних систем.

У похідній спектрофотометрії аналітичним сигналом служить не оптична густина (A), а її похідна $\Delta A/\Delta\lambda$. В даний час використовують похідні від першого до п'ятого порядку. Похідні спектри володіють більш чітко вираженою структурою, ніж вихідні, оскільки ширина спектральної смуги при диференціюванні зменшується [4-6]. У разі багатокомпонентної системи характерному максимуму поглинання кожної сполуки в першій похідній спектра відповідає точка нульового перетину при певній довжині хвилі [7,8]. Визначення концентрації компонентів у суміші при спільній присутності за допомогою методу нульового перетину полягає у вимірюванні значення похідної одного компонента при певній довжині хвилі, при якій похідна другого компонента приймає нульове значення.

Вимірювання спектрів поглинання стандартних розчинів проводили на спектрофотометрі СФ-46. Визначені максимуми поглинання для розчинів барвників E110 ($\lambda_{\max}=483\text{нм}$) та E102 ($\lambda_{\max}=427\text{нм}$).

На Рис. 1 представлені спектри поглинання стандартних розчинів барвників E110 та E102, та їх суміші.

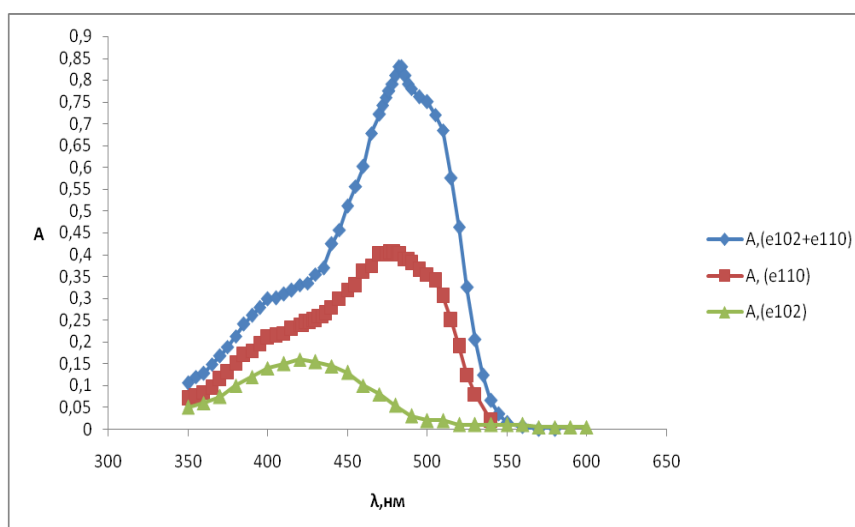


Рис. 1. Залежність оптичної густини від довжини хвилі для барвників E110($C=12\text{ мкг/мл}$)(1), і E102($C=6\text{ мкг/мл}$)(2), та їх суміші(3).

За допомогою програми «Microsoft excel» були розраховані значення $-\Delta A/\Delta\lambda$ та побудовані графіки залежностей $-\Delta A/\Delta\lambda$ від довжини хвилі (Рис.2) для барвників E110, E102, та їх суміші у співвідношенні 2:1.

Визначення концентрації компонентів у суміші при спільній присутності за допомогою методу нульового перетину полягає у вимірюванні значення похідної одного компонента при певній довжині хвилі, при якій похідна другого компоненту приймає нульове значення. За даним принципом було визначено точки нульового перетину. Для подальшого визначення E110 були обрані дві довжини хвилі при $\lambda=427\text{нм}$, та $\lambda=538\text{нм}$. Для подальшого визначення E102 була обрана одна довжина хвилі при $\lambda=482\text{нм}$.

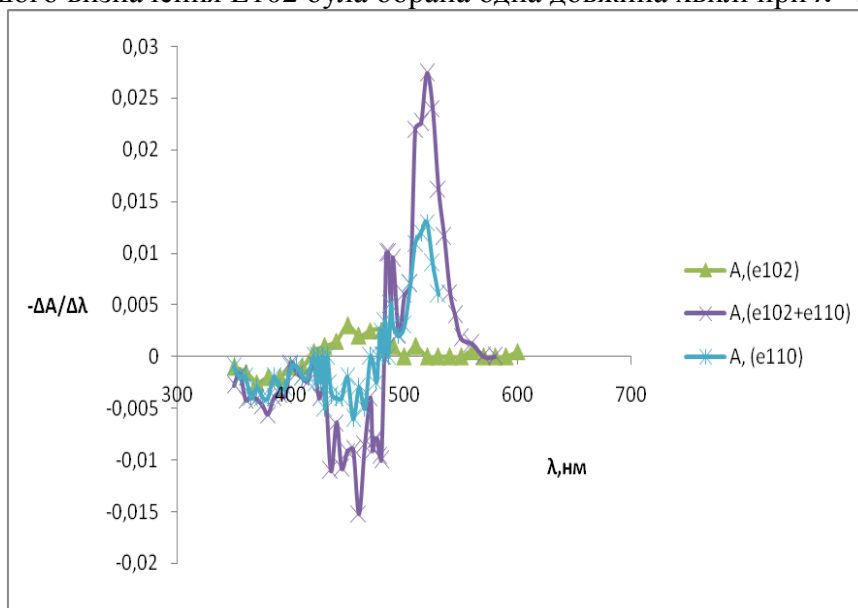


Рис. 2. Перші похідні спектрів E110(C=12 мкг/мл), і E102(C=6 мкг/мл) та їх суміші у співвідношенні (2:1)

У першій похідній спектра поглинання суміші компонентів при довжині хвилі, що відповідає точкам «Нульового перетину» одного з компонентів, значення похідної буде пропорційно концентрації іншого компонента. Для визначення E110 вимірювали спектри поглинання стандартних розчинів при $\lambda=427$ та $\lambda=538$. Для визначення E102 будували градувальний графік за значеннями його перших похідних при 483 нм (точка нульового перетину першої похідної спектру поглинання E110).

Таблиця 1. Рівняння градувальних залежностей для E110 і E102

Довжина хвилі, нм	Рівняння	Коефіцієнт регресії	Діапазон, мкг/мл
483	$y = 0,001x + 0,001$	$R^2 = 0,983$	4-16
427	$y = 0,001x - 0,003$	$R^2 = 0,991$	4-16
538	$y = 0,002x + 0,003$	$R^2 = 0,976$	4-16

Рівняння градувальних характеристик, діапазон лінійності і коефіцієнт регресії представлені в табл. 1. Отримані рівняння і коефіцієнти регресії свідчать, про лінійність на вибраному інтервалі концентрацій барвників. І це значить що отримані графіки можна використовувати для кількісного визначення барвників E110 і E102.

Таблиця 2. Об'єми барвників для приготування модельних сумішей з різними співвідношеннями

№ суміші	C, мкг/мл		V, мл	
	E 102	E110	E 102	E110
1	4	16	0,1	0,4
2	8	12	0,2	0,3
3	12	8	0,3	0,2
4	16	4	0,4	0,1

Для оцінки правильності визначення індивідуальних барвників E110 і E102 у їх суміші, були досліджені модельні суміші (з різним співвідношенням барвників) методом «введено-знайдено». Було приготовлено 4 модельні суміші, для перевірки правильності методики. Значення об'ємів розчинів барвників для приготування сумішей наведено в табл. 2.

Концентрацію барвників (табл. 3) визначали за допомогою градуювальних графіків.

Таблиця 3. Результати визначення концентрації барвників E102 і E110 в модельних сумішах

Введено мкг/мл	E110		E102		Правильність у %		
	Знайдено, мкг/мл		Введено мкг/мл	Знайдено, мкг/мл			
	λ 427	λ 538					
4	4,2	4	16	16,1	105	100	101
8	8	8,2	12	12,1	100	103	101

Як видно з табл. 3 правильність визначення барвників близька до 100%, що свідчить про можливість використання запропонованої методики для визначення барвників у суміші.

Визначення синтетичних барвників у лікарському препараті «Нітроксолін»

Метод похідної спектрофотометрії при нульовому перетині був застосований для визначення вмісту барвників E102 та E110 в таблетках медичного препарату «Нітроксолін», що містить E110 (ПрАТ «Технолог») барвник E102 був введений в якості добавки. Склад лікарського препарату: діюча речовина: 1 таблетка містить нітроксоліну 50 мг; допоміжні речовини: лактози моногідрат, крохмаль картопляний, тальк, магнію стеарат, кремнію діоксид колоїдний безводний, цукор білий, повідон 25, титану діоксид (E171), желатин, магнію карбонат важкий, макрогол 6000, жовтий сонячний захід FCF (E110). Перед початком аналізу препарат був подрібнений, розчинений у воді колбі на 25 мл та відфільтрований.

Було побудовано градуювальний графік при (λ=483nm), для барвника E110 в інтервалі концентрацій 4-16 мкг/мл (Рис. 3).

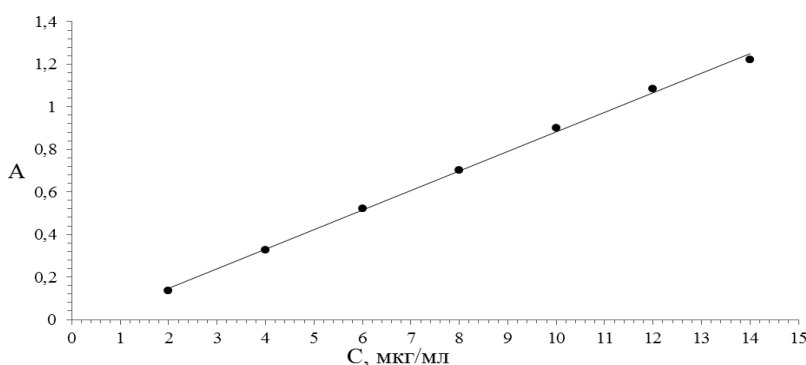


Рис. 3. Градуювальний графік для кількісного визначення барвника E110 ($y = 0,0919x - 0,0376$, $R^2 = 0,9982$).

Було проведено 5 паралельних вимірювань, та визначено вміст барвника E110 у медичному препараті «Нітроксолін» - $C = 12 \pm 0,1$ мкг/мл.

Для того щоб перевірити вплив матриці таблетки, на методику визначення індивідуальних барвників у суміші, було приготовлено дві серії суміші барвників E110 та E102 (Табл. 4).

Таблиця 4. Методика приготування серії суміші барвників

Серія №	V, мл		Одержана концентрація, мкг/мл		Співвідношення барвників E110 : E102
	E110	E102	E110	E102	
1	5	1	2,6	6	1 : 2,3
2	2,5	1,5	5,2	4	1,3 : 1

Визначення вмісту барвників проводили згідно вище описаній методики, за допомогою градувальних графіків. Результати занесені в таблицю 5.

Таблиця 5. Результати визначення барвників у медичному препараті «Нітроксолін»

Введено, С, мкг/мл		Знайдено, \bar{C} мкг/мл $\pm \Delta x$		
E110	E102	E110		E102
		427 нм	538 нм	482 нм
2,6	6	2,58 \pm 0,20	2,68 \pm 0,26	5,76 \pm 0,31
5,2	4	5,06 \pm 0,17	5,38 \pm 0,48	4,00 \pm 0,34

Розраховано правильність, відносне відхилення, абсолютну похибку та значення довірчого інтервалу, розробленої нами методики похідною спектрофотометрії при нульовому перетині. Розраховані значення представлені у табл. 6

Таблиця 6. Значення розрахованих характеристик, для оцінки правильності методики.

Правильність, %			Sr, %			δ, %		
E110		E102	E110		E102	E110		E102
427 нм	538 нм	482 нм	427 нм	538 нм	482 нм	427 нм	538 нм	482 нм
99,2	96,9	96,0	6,4	9,3	4,35	7,7	10,0	5,0
97,3	96,5	100	2,6	7,1	6,8	3,3	9	8,5

Отримані результати показують, що при визначенні індивідуальних барвників E102 і E110 в медичних препаратах методом похідної спектрофотометрії при нульовому перетині, похибка не перевищує 9%, матриця об'єкта не робить істотного впливу на визначення.

Розроблена спектрофотометрична методика для одночасного визначення вмісту харчових барвників E110 та E102 у суміші по першій похідній. Методика перевірена на модельних сумішах і застосована для визначення вмісту барвників у медичних препаратах. Визначено кількісний вміст барвників E110 и E 102 у лікарському препараті «Нітроксолін».

Список використаних джерел:

1. Смирнов Е. В. Пищевые красители/ Е. В Смирнов. - справочник. СПб.: Профессия. - 2009. - 352 с.
2. Болотов В. М. Пищевые красители: классификация, свойства, анализ, применение / В. М. Болотов, А. П. Нечаев, Л. А. Сарафанова. – СПб. : ГИОРД. – 2008. – 237 с.
3. Feketea G. Common food colorants and allergic reactions in children: Myth or reality./ G. Feketea, S. Tsabouri // Food Chem. – 2017. – P. 578–588.
4. Joseph-Charles. Simultaneous Determination of Two Synthetic Dyes Erythrosine and Sunset Yellow in a Pharmaceutical Syrup By First Derivative Visible Spectrophotometry/J. Joseph-Charles, M.H. Langlois// Journal Analytical Letters. – 2000. – Vol. 33. – P. 1567–1575.

5. Fatma Turak. Validated Spectrophotometric Methods for Simultaneous Determination of Food Colorants and Sweeteners/Fatma Turak, Mahmure Ustun Ozgur //Journal of Chemistry. – 2013. – P. 95–107.
6. Berzas Nevado J. J. Simultaneous Determination of Quinoline Yellow And Sunset Yellow by Derivative Spectrophotometry and Ratio Spectra Derivative/ J. J. Berzas Nevado, J. Rodríguez Flores, M. J. Villaseñor LLerena// Journal Analytical Letters . – 2006. – P. 1009–1029.
7. Fatma Turak. Four Derivative Spectrophotometric Methods for the Simultaneous Determination of Carmoisine and Ponceau 4R in Drinks and Comparison with High Performance Liquid Chromatography/Fatma Turak, Mithat Dinç, Öznur Dülger // International Journal of Analytical Chemistry. – 2014. – P. 111-118.
8. Mahmure Ustun Özgür. A Rapid Spectrophotometric Method to Resolve a Binary Mixture of Food Colorants (Riboflavine and Sunset Yellow)/ Mahmure Ustun Özgür // Turk J Chem . – 2004. – P. 325 – 333