Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 44 (1953)

Heft: 3

Artikel: Note sur l'extraction de divers colorants hydrosolubles

Autor: Mottier, M. / Potterat, M.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-982854

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 09.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Note sur l'extraction de divers colorants hydrosolubles

Par *M. Mottier* et *M. Potterat*

Il est d'usage dans le commerce de colorer artificiellement certaines denrées alimentaires pour en améliorer l'aspect. L'«Ordonnance fédérale réglant le commerce des denrées alimentaires et de divers objets usuels» prévoit exactement les cas où une semblable coloration est permise; elle donne, de plus, la liste des colorants synthétiques autorisés. En outre l'article 9 de cette Ordonnance précise qu'«il est interdit de mettre en vente ou d'employer, pour la fabrication ou le traitement des denrées alimentaires, des . . . colorants artificiels . . . à moins que la présente Ordonnance ne l'autorise expressément».

On voit donc l'intérêt que présente la recherche d'une coloration artificielle, tant pour déceler celle-ci dans un aliment où elle est défendue que pour découvrir si c'est bien un colorant synthétique autorisé qui a été utilisé dans un cas où elle est permise.

Du fait de leur grand pouvoir colorant les matières colorantes synthétiques sont utilisées en quantités relativement faibles. Comme, d'autre part, il est recommandable d'avoir le moins possible de substances étrangères présentes lorsqu'on désire chromatographier un corps ou un mélange de corps déterminés il s'ensuit qu'il faut trouver le moyen de séparer le colorant de son support. Selon la 4e édition du «Manuel suisse des denrées alimentaires» on effectue cette séparation par des teintures sur laine et sur coton, mordancés ou non; on y prévoit également une extraction du colorant par l'éther en milieu acide ou alcalin. Ces deux méthodes présentent les inconvénients suivants:

a) l'éther n'extrait qu'un petit nombre de colorants autorisés;
b) les essais de teinture, qu'on fait à chaud, ainsi que le démontage ultérieur du colorant en milieu ammoniacal, peuvent avoir une certaine influence sur des colorants sensibles. Il est facile de s'en rendre compte en chromatographiant simultanément une solution de colorant pur et la solution du même colorant isolé dans un essai de teinture.

On s'est donc proposé de rechercher et de mettre au point une méthode d'extraction des colorants synthétiques hydrosolubles qui exclue autant que possible tout traitement thermique ainsi que tout réactif énergique et qui soit, de plus, simple, pratique et rapide. Il n'était pas possible d'utiliser la méthode d'enrichissement décrite dans notre travail sur les colorants liposolubles [15]), basée sur l'adsorption du colorant par l'alumine, dans une solution du corps gras dans le pentane ou l'éther de pétrole. Avec les colorants hydrosolubles on se trouve, en effet, en milieu aqueux, milieu dans lequel l'alumine est fortement désactivée et où l'adsorption n'est plus que faible ou nulle.

Un bref examen de la littérature a montré que les principaux dissolvants recommandés pour l'extraction des colorants synthétiques sont la méthylcyclohexanone [14]) et les alcools benzylique [9]) et isoamylique.

La méthylcyclohexanone présente l'inconvénient de se transformer en milieu alcalin (NaOH) ou acide (HCl) en se colorant fortement en jaune.

L'alcool benzylique semble, d'après quelques essais d'orientation, avoir des propriétés très voisines de celles de l'alcool isoamylique et ne pas offrir d'avantages particuliers sur ce dernier. Malgré son fort pouvoir dissolvant il ne semble pas avoir été beaucoup utilisé pour les colorants. L'alcool isoamylique, par contre, joue un rôle assez important. C'est ainsi que, déjà en 1899, *Arata* [1]) s'en est servi pour purifier les colorants isolés de vins colorés artificiellement. Plus tard, ce dissolvant a été recommandé officiellement par le «Manuel suisse des denrées alimentaires» pour la recherche d'une coloration artificielle des vins [11])[22])[24]); le «Handbuch» le mentionne également dans ce but [3])[6]) et cette méthode est aussi utilisée en France [8]) et aux Etats-Unis [16]). De plus, l'alcool isoamylique a été recommandé, seul ou en mélange avec d'autres dissolvants, pour rechercher une coloration artificielle dans diverses denrées alimentaires comme, par exemple, les tomates et les légumes [5]), les jus de fruits et les sirops [4])[25]) etc.

Les travaux les plus importants concernant les extractions avec l'alcool isoamylique semblent être la publication de *Spaeth* [25]) sur la recherche des colorants étrangers dans les jus de fruits et les prescriptions américaines pour l'examen et l'identification des colorants synthétiques [16]). Il est intéressant de relever à ce sujet que, tout comme pour le vin [11])[22])[24]), les trois premières éditions du «Manuel suisse des denrées alimentaires» font appel à l'alcool isoamylique pour la recherche d'une coloration artificielle dans les jus de fruits, les sirops, les confitures, les gelées, la confiserie et les pâtisseries [12])[21])[23]). Seules les deuxième et troisième éditions du «Manuel» signalent, dans le chapitre sur les jus de fruits, sirops etc., la publication de *Spaeth* [25]). Puis est venue la 4e édition du «Manuel» qui ne mentionne plus l'alcool isoamylique et la publication de *Spaeth*. En effet, à la suite du travail de *Ruggli* et *Benz* [18]), on n'y a plus retenu que la teinture sur fibres et des essais d'extraction avec l'éther [13]). Il est possible que la raison qui a amené l'abandon de l'alcool isoamylique soit celle citée par *Kling* dans son ouvrage [10]). Cet auteur écrit ceci: «Le procédé de séparation des colorants au moyen de l'alcool amylique présente l'inconvénient d'entraîner également de petites quantités de corps étrangers (matières sucrées ou résineuses), qui gênent lors de la détermination. Nous donnons la préférence au mode d'extraction par teinture sur fibre de laine ou de soie qui échappe à ces critiques et donne d'excellents résultats avec les colorants dérivés de la houille; mais elle ne s'applique pas à la cochenille et aux colorants végétaux (orseille et carmin d'indigo exceptés), qui ne montent pas sur fibre. La cochenille donne une teinture assez faible».

Récemment *Séris*, qui s'est plus particulièrement occupé de la chromatographie sur papier des colorants synthétiques hydrosolubles, a décrit un cas d'ex-

traction sélective de deux colorants (bleu NVS et jaune naphtol) avec l'alcool isoamylique [20]).

Jakovliv et *Colpé* chromatographient directement sur colonne d'alumine la solution isoamylique des colorants alimentaires, puis éluent ceux-ci avec une série de 8 éluants et examinent séparément chaque éluat [7]).

Après cette brève revue de la littérature, qui ne prétend pas être complète, il semblait intéressant de reprendre l'étude de l'extraction des colorants synthétiques avec l'alcool isoamylique. On a constaté que ce dissolvant extrait complètement la grande majorité des 43 colorants examinés (comprenant notamment tous ceux qui sont autorisés) pour autant qu'on ait soin d'extraire d'abord au pH 7 à 3 *), puis à un pH <1 (acide chlorhydrique). Même en opérant ainsi, quelques colorants ne sont extraits que très partiellement; on a trouvé, par contre, que la quinoléine les extrait complètement après avoir ajusté le pH du milieu aux environs de 3 avec un tampon.

Comme certains colorants sont sensibles aux acides forts, par exemple l'indigotine et le vert naphtol B d'après *Fouassin* [2]), et comme on a constaté que la quinoléine jouit de l'intéressante propriété d'extraire complètement tous les colorants étudiés, l'étape suivante de ce travail a consisté à supprimer l'extraction en milieu fortement acide et à ne garder que l'extraction avec l'alcool isoamylique au pH 3, suivie d'une extraction avec la quinoléine, au même pH. On a trouvé qu'il y a net avantage à travailler à un pH fixe, le même pour tous les cas, situé aux environs de 3, les colorants étant mieux extraits ainsi et la séparation des couches, après l'extraction, se faisant mieux. Le tampon choisi est un tampon à l'acétate de sodium et acide acétique **) et son pH est égal à 3,2.

Ces modes opératoires en 3 ou en 2 étapes n'ont cependant pas donné toute satisfaction. Bien qu'ils permettent tous deux de séparer franchement en deux grands groupes les colorants basiques et les colorants acides (les colorants basiques sont extraits au pH 7—3) on a toujours constaté qu'un certain nombre de colorants forment un groupe intermédiaire qu'on n'a pas réussi à supprimer; les colorants de ce groupe sont extraits partiellement avec les colorants basiques alors que le reste en est extrait complètement avec les colorants acides.

Etant donné ceci et considérant que la chromatographie sur plaque d'alumine hautement activée [17]) permet des séparations poussées de mélanges complexes de colorants, il a semblé indiqué de simplifier encore l'extraction en n'utilisant plus

---

*) Acidité du milieu tel quel. On a constaté que le pH des solutions de colorants purs est très différent d'un colorant à l'autre. C'est ainsi qu'on a trouvé, pour des solutions $\frac{1}{200}$ M les pH suivants: 4,40 (Chrysoïdine); 6,55 (Tropéoline 000 No 1); 6,28 (Phloxine P); 3,72 (Bleu d'alizarine); 4,65 (Violet de méthyle). Mesures effectuées avec l'appareil Polymétron (électrode de verre), dans l'eau distillée bouillie.

**) On ne peut pas prendre n'importe quel tampon; c'est ainsi qu'on a constaté qu'un tampon au biphtalate ne donnait pas de bons résultats.

que la quinoléine comme dissolvant *) et en opérant toujours en présence du tampon à l'acétate-acide acétique.

Les colorants extraits de la solution quinoléique par un peu d'eau, après dilution avec un excès d'éther, sont identifiés par chromatographie sur plaque d'alumine, par comparaison avec des colorants de référence. L'examen chromatographique peut être complété par un examen chimique (par exemple par des essais à la touche sur le chromatogramme etc.) ou physique.

Si l'on doit quand même recourir à l'alcool isoamylique, il faut se rappeler qu'il extrait, en tout ou partie, diverses matières colorantes naturelles. C'est ainsi qu'il extrait partiellement le caramel, ainsi que les anthocyanes constituant la matière colorante rouge des fruits les plus communs. En milieu légèrement acide, il extrait la majeure partie des matières colorantes du bois de campêche, de l'orseille, du safran et de la cochenille (cf. [16]) p. 281 et [25]) p. 652). Quant à la quinoléine, elle extrait notamment les matières colorantes du vin rouge, de la purée de tomates, de la confiture de fraises etc. C'est un point dont il faut se souvenir au cours de l'analyse, mais qui ne semble pas devoir gêner, car on a constaté que beaucoup de ces colorants naturels sont fortement adsorbés par l'alumine et ne s'en laissent éluer que difficilement, contrairement aux colorants synthétiques.

Partie expérimentale

Elle est résumée dans les deux tableaux ci-après: *Le premier tableau* décrit en détail la marche à suivre pour l'analyse des colorants, le mode opératoire recommandé comportant les étapes suivantes:

1. Préparation de la solution aqueuse à extraire (description du traitement à faire subir aux colorants et aux diverses denrées alimentaires pour obtenir une solution aqueuse du ou des colorants).
2. Extraction du colorant de la solution aqueuse (avec la quinoléine, en présence d'un tampon de pH 3).
3. Extraction du colorant de la solution quinoléique (par un petit peu d'eau, après dilution avec un excès d'éther, éventuellement aussi par adsorption sur de l'alumine).
4. Chromatographie (cette étape a déjà fait l'objet d'une publication [17]) et n'est pas décrite ici).

Dans le *deuxième tableau* on indique les couleurs des divers colorants examinés en solution, ainsi que leurs virages en milieu acide et en milieu alcalin, car ces derniers peuvent rendre service pour l'identification des colorants.

---

*) Signalons que *Ruggli* et *Jensen* ont chromatographié un colorant en solution quinoléique [19]). Il ne semble cependant pas que ces auteurs aient utilisé la quinoléine pour extraire leurs colorants.

Tableau pour l'analyse des colorants

1. Préparation de la solution aqueuse à extraire

1.1. Matières colorantes en substance

1.1.1. Solubles dans l'eau	1.1.2. Solubles dans l'alcool
Tous les colorants examinés sauf un.	1 seul parmi les colorants examiné: le bleu d'aniline soluble dans l'alcool.
Traitement Faire une solution concentrée.	*Traitement* Dissoudre dans de l'éthanol à 96 %; étendre si nécessaire avec de l'eau distillée.
Solution aqueuse	**Solution alcoolique**

1.2. Denrées alimentaires ne requérant aucune extraction préliminaire

1.2.1. Denrées liquides de moins de 15 % d'éthanol	1.2.2. Denrées liquides de plus de 15 % d'éthanol	1.2.3. Denrées solides ou semi-solides, solubles dans l'eau	1.2.4. Produits laitiers et denrées donnant des suspensions dans l'eau
— Boissons sans alcool; limonades; jus de fruits concentrés, avec et sans pulpe. — Moûts; cidres; vins; vins doux (de moins de 15 % d'alcool). — Bière; vinaigre. — Arômes pour potages etc.	— Vins doux. — Spiritueux. — Liqueurs.	— Gelées; miel; sucreries. — Extraits de viande. — Extraits de café.	— Lait; yoghourts; glaces; crème glacée. — Poudre pour poudings; poudres pour crèmes; etc.
Traitement — Aucun. — Eventuellement dilution avec de l'eau distillée.	*Traitement* — Ramener la teneur en éthanol à moins de 15 % par dilution avec de l'eau distillée, avec ou sans évaporation préalable, selon la teneur en alcool et celle en colorant.	*Traitement* — Dissoudre dans de l'eau distillée. — Eventuellement filtrer ou centrifuger.	*Traitement* — Les produits laitiers doivent être éventuellement légèrement dilués avec de l'eau distillée. — Les poudres pour crèmes et poudings doivent être mises en suspension avec beaucoup d'eau distillée.
Remarques 1.2.1.1 Chasser le CO_2 en chauffant légèrement à 30° et en agitant vigoureusement. 1.2.1.2 S'il se forme une émulsion stable à l'extraction, recommencer sur une nouvelle portion diluée et déféquée avec la quantité minimum de réactif de *Carrez* (exemple: bière brune). 1.2.1.3 Les produits dont le pH est inférieur à 3 doivent être neutralisés (exemple: essence de vinaigre).			Remarques 1.2.4.1 Les produits laitiers peuvent contenir des colorants liposolubles, qui sont partiellement extraits par la quinoléine. Ces colorants restent dans la couche éthérée (cf. sous 3)) dont ils sont retirés avec l'alumine (cf. 15) et 17)). 1.2.4.2 Le colorant étant souvent fixé sur la phase solide, il convient de ne pas séparer cette dernière de la phase liquide.
Solution aqueuse	**Solution aqueuse**	**Solution aqueuse**	**Suspension aqueuse**

1.3. Denrées alimentaires requérant une extraction préliminaire

1.3.1. Denrées ne contenant que peu ou pas de graisse	1.3.2. Denrées plus riches en graisse
— Céréales; légumineuses; produits de boulangerie et de pâtisserie. — Soupes; pâtes alimentaires. — Confitures; conserves de fruits.	— Chocolats. — Produits à base de viande, tels que saucisses; etc.
Traitement — Broyer très finement la substance, éventuellement avec du sable.	*Traitement* — Broyer très finement la substance, éventuellement avec du sable. — Epuiser avec de l'éther de pétrole ou du pentane (qui peut contenir, à part la graisse, des colorants liposolubles (cf. 15) et 17)).
— Introduire 5 à 10 g de poudre ou de bouillie dans un erlenmeyer. — Ajouter 30 à 40 ml d'éthanol à 70 %. — Laisser digérer quelques heures en agitant souvent. — Décanter le liquide. — Extraire avec une nouvelle portion d'éthanol à 70 %. — Réunir les extraits alcooliques et les ramener à moins de 15 % d'alcool (voir sous 1.2.2).	
Remarques 1.3.1.1 L'extraction à chaud au bain-marie est plus rapide, mais attention aux colorants sensibles à la chaleur. 1.3.1.2 Si l'extraction est difficile il faut ajouter quelques ml de quinoléine à l'alcool à 70 %. Le traitement se fait comme ci-dessus. 1.3.1.3 En présence de laques etc., il convient d'ajouter un peu d'HCl concentré à l'alcool à 70 %. Après l'extraction on neutralise prudemment et on continue comme sous 1.2.2.	
Solution aqueuse	**Solution aqueuse**

2. Extraction du colorant de la solution ou suspension aqueuse

— 1 partie de solution aqueuse + 1 partie de tampon pH 3 (= 10 à 200 ml au total).
— + 10 à 20 ml de quinoléine.
— Agiter, centrifuger, séparer, répéter si nécessaire.

Solution quinoléique

3. Extraction du colorant de la solution quinoléique

— 1 vol. de solution quinoléique + 3 vol. d'éther + 1à 2 ml d'eau.
— Agiter, centrifuger, séparer.

3.1. Phase aqueuse

3.2. Phase organique

Si celle-ci est encore colorée, lui ajouter un peu d'alumine hautement activée pour adsorber le colorant, agiter, centrifuger, décanter le liquide, laver l'alumine 2 ou 3 fois avec de l'éther et laisser sécher.

Alumine colorée

4. Chromatographie

(cf. 15) et 17))

Commentaires

Ad 2 (Extraction)

2.1. On a généralement avantage à faire l'extraction dans un tube à centrifuge. Pour séparer, on pipette le liquide surnageant (qu'on transfère dans un deuxième tube pour une autre extraction éventuelle). On peut éventuellement laver avec de l'eau contenant un peu de tampon. On enlève cette eau de lavage et on continue comme sous 3.

2.2. La quinoléine pure du commerce est légèrement colorée en jaune; on a constaté que cette coloration n'était pas gênante. Si toutefois ce dissolvant devait être fortement coloré, il serait recommandable de le purifier par distillation sous pression réduite.

2.3. On recommande de réduire au minimum la durée de contact des colorants avec les divers réactifs et de les amener en solution aqueuse concentrée ou sur alumine (cf. 3.2.) aussi rapidement que possible.

Ad 3

Pour la plupart des colorants le coefficient de partage est, dans le système quinoléine-éther et eau, nettement à l'avantage de ce dernier dissolvant *). Certains colorants cependant ont un coefficient de partage tel qu'il est difficile de les faire passer totalement dans l'eau. Dans ce cas, il faut traiter la phase quinoléine-éther avec de l'alumine hautement activée (selon 3.2.).

D'autres colorants ont la propriété de précipiter dans ce système. Dans ce cas, on centrifuge puis on décante prudemment la phase quinoléine-éther, en laissant dans le tube la solution aqueuse et le précipité. On dissout alors ce dernier en diluant avec un peu d'éthanol à 96 % et on obtient une solution claire. On peut aussi diluer un peu de la quinoléine colorée avec un peu d'éthanol; on chromatographie ensuite ce mélange, en ayant soin de faire un premier développement avec de l'éther pour chasser la quinoléine. On sèche et développe avec un éluant approprié. Il convient de faire subir le même traitement au colorant de comparaison.

Réactifs

Tampon de pH 3: dissoudre 3,5 g d'acétate de sodium dans un peu d'eau, ajouter 50 ml d'acide acétique glacial et étendre à 1 litre avec de l'eau distillée.

Alumine hautement activée: chauffer l'alumine (qualité standardisée selon *Brockmann*) pendant 3/4 d'heure à 1 heure à 300—500° C. La conserver en flacon hermétiquement bouché.

On trouvera, collationnés ci-après, les résultats des essais effectués avec 43 colorants purs, classés par couleur.

---

*) Il en résulte une forte concentration du colorant dans le petit volume d'eau utilisé.

Tableau des colorants examinés, avec leurs virages *

Couleur	Nom	Couleur de la solution aq. (H_2O dist.)	Couleur en milieu		Couleur de la solution quinoléique
			acide	basique	
Jaune	Auramine O	jaune citron	jaune citron pâle	incolore	jaune citron
	Jaune naphtol S	jaune citron	jaune citron pâle	jaune citron	jaune citron
	Tartrazine [1])	jaune citron	jaune citron	jaune citron	jaune citron
	Jaune acide R	jaune citron	rouge orangé	jaune citron	jaune citron
	Jaune de quinoléine	jaune citron	jaune citron	jaune brun pâle	jaune citron
	Chrysoïdine	jaune orangé	orangé	pâlit	jaune orangé
	Orangé GGN	jaune orangé	jaune orangé	rose orangé	jaune orangé
	Sunset Yellow FCF	jaune orangé	jaune plus orangé	rose orangé	orangé
Orange	Orangé L	orangé	orangé	orangé	rouge orangé
	Tropéoline 000 No 1	orangé	rouge violacé	rouge cerise	orangé
	Ponceau SX	orangé	orangé	jaune citron	orangé
	Ecarlate palatin GN	orangé	orangé	jaune	orangé
Rouge	Eosine à l'alcool	rose	jaune orangé	rose	rouge violacé
	Rocelline	rouge	brun orangé	rouge plus profond	rouge
	Phloxine P	rouge cerise	orangé clair	rouge cerise	rouge cerise
	Erythrosine	rouge cerise	rouge orangé	rouge cerise	rouge cerise
	Azorubine S	rouge cerise	rouge violacé	rouge cerise	rouge violacé
	Rouge solide E	rouge cerise	rouge un peu violacé	rose un peu violacé	rouge cerise
	Ponceau R	rouge un peu violacé	rouge violacé	rouge brun	rouge un peu violacé
	Ponceau 3R	rouge un peu violacé	rouge violacé	rouge brun	rouge un peu violacé
	Eosine	rouge violacé clair	rose pâle	rouge violacé clair	rouge violacé clair
	Fuchsine	rouge violacé	jaune citron	incolore	rouge violacé
	Fuchsine acide	rouge violacé	rouge violacé	incolore	rouge violacé
	Nouvelle coccine	rouge violacé	rouge violacé	orangé pâle	rouge violacé

* Voir aussi *Balavoine:* Ces trav. **21**, 30—32 (1930).

[1]) La tartrazine est le seul des colorants examinés pour lequel l'extraction doit être répétée deux ou trois fois pour être complète.

Tableau des colorants examinés, avec leurs virages

Couleur	Nom	Coleur de la solution aq. (H_2O dist.)	Couleur en milieu		Couleur de la solution quinoléique
			acide	basique	
Rouge	Amaranthe	rouge violacé	rouge un peu plus violacé	rose violacé	rouge violacé
	Bordeaux BL	rouge violacé	rouge violet	rose violacé	rouge violacé
Bleu	Bleu d'aniline, soluble dans l'alcool [2])	bleu	violet clair	rose très pâle	incolore
	Indigocarmin	bleu	bleu	jaune citron	bleu clair
	Bleu d'alizarine	bleu	violet rougeâtre clair	bleu	bleu
	Erioglaucine A	bleu	jaune citron	bleu	bleu
	Bleu soluble pur	bleu violacé	bleu violacé	lie de vin	bleu
	Induline	bleu violet	bleu	violet	bleu
Violet	Violet de méthyle B	violet	jaune citron	rouge violacé foncé	violet
	Violet cristal	violet	jaune citron	violet	violet
	Violet acide 6B	violet	jaune citron	violet	violet
Vert	Vert malachite	vert bleu	jaune or	incolore, opalescent	vert bleu
	Vert lumière SF jaunâtre	vert	jaune	incolore	vert
Brun	Brun résorcine R	brun jaune	brun jaune	brun jaune	brun jaune
	Brun thiazine R [3])	brun rouge	brun jaune	brun rouge foncé	brun rouge
Noir	Nigrosine	bleu violacé	bleu	bleu violacé	bleu
	Noir profond (Noir 5410)	bleu violacé	bleu	violet	violet
	Noir brillant BN	violet rougeâtre	bleu violacé	bleu violacé	bleu
	Noir naphtol LT	violet	bleu	bleu violacé	violet

[2]) Ce colorant a été rangé parmi les hydrosolubles car, bien qu'il soit insoluble dans l'eau, sa solution alcoolique supporte une dilution considérable avec ce dissolvant (il n'est pas du tout soluble dans l'alcool à 20 %, un peu dans l'alcool à 30 % et ne se dissout bien que dans une solution contenant au moins 40 % d'alcool).

[3]) En milieu chlorhydrique, une partie du colorant se sépare sous forme de flocons bruns.

Les couleurs en solution indiquées sont susceptibles de légères variations suivant la concentration du milieu en colorant, parfois aussi suivant la provenance de ce dernier; elles se rapportent à des solutions relativement diluées et ne sont données qu'à titre indicatif, sans prétendre à une exactitude absolue.

On a également indiqué les couleurs en milieu acide (HCl) et en milieu alcalin (NaOH), car elles peuvent rendre service pour l'identification des colorants (réactions à la touche, par exemple).

Conclusion

Les 43 colorants examinés, qui comprennent tous les colorants hydrosolubles autorisés, sont extraits complètement de leurs solutions par la quinoléine en présence d'un tampon, ce dernier exerçant une action favorable sur l'extraction et sur la séparation des couches.

Etant donné la diversité des classes auxquelles appartiennent les colorants passés en revue, il semble probable que la méthode d'extraction qui vient d'être décrite pourra être appliquée sans difficulté aux autres colorants synthétiques. Cette méthode présente les avantages suivants:

a) élimination de tout traitement thermique (à l'exception des quelques cas où les colorants doivent être extraits préalablement au bain-marie avec de l'éthanol);
b) suppression des réactifs énergiques;
c) simplicité et rapidité d'exécution.

Les colorants extraits sont identifiés par chromatographie sur plaque d'alumine [17]).

Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements aux maisons qui ont bien voulu nous faciliter l'exécution de ce travail par le don de diverses substances. Ce sont, pour certains colorants, les maisons Ciba et Geigy, à Bâle, et, pour la quinoléine, les Rütgerswerke AG, à Castrop-Rauxel 2, Allemagne, représentés en Suisse par la maison Induchem AG, à Zurich.

Résumé

1. Après une brève revue de la littérature du sujet, on décrit une méthode d'extraction des colorants synthétiques hydrosolubles avec la quinoléine. Tous les colorants examinés ont été extraits complètement par ce dissolvant.
2. La présence d'un tampon (de pH 3) facilite l'extraction et la séparation des couches.
3. Le mode opératoire indiqué est caractérisé par le fait que tout le travail est effectué à la température ambiante (à l'exception des quelques cas où les colorants doivent être préalablement extraits au bain-marie avec l'éthanol) et qu'aucun réactif énergique n'est utilisé. Les autres avantages de ce mode opératoire sont sa simplicité et sa rapidité d'exécution.
4. Les colorants extraits sont identifiés par chromatographie sur plaque d'alumine, par comparaison avec les colorants autorisés traités de la même façon. Cette identification peut être complétée par des essais à la touche etc.

Zusammenfassung

1. Nach einer kurzen Literaturübersicht der Extraktion der Farbstoffe mit organischen Lösungsmitteln wird eine Methode zur Extraktion der wasserlöslichen synthetischen Farbstoffe mittels Chinolin beschrieben. Mit diesem Lösungsmittel wurden alle untersuchten Farbstoffe vollständig extrahiert.
2. Die Anwesenheit einer Pufferlösung (vom pH 3) erleichtert die Extraktion und die Trennung der Schichten.
3. Das Hauptmerkmal der angegebenen Arbeitsvorschrift besteht darin, dass die ganze Arbeit bei Zimmertemperatur durchgeführt wird (mit Ausnahme von einigen Fällen, bei welchen eine Vorextraktion mit Äthanol, auf dem Wasserbade, stattfinden muss) und unter Ausschluss von starken Chemikalien. Andere Vorteile dieser Extraktionsmethode sind deren Einfachheit und rasche Durchführbarkeit.
4. Die extrahierten Farbstoffe werden chromatographisch, auf Aluminiumoxydplatten, identifiziert, und zwar unter Vergleich mit in gleicher Art und Weise behandelten zugelassenen Farbstoffen. Die Identifizierung kann z.B. durch Tüpfelreaktionen usw. ergänzt werden.

Summary

1. The literature on the extraction of synthetic water-soluble dyes with organic solvents is briefly reviewed.
2. Quinoline completely extracts all the examined dyes, which include all the ones authorized in Switzerland for colouring foodstuffs. Working in presence of a buffer (of pH 3) facilitates the extraction and the separation of the layers.
3. This new method of extraction is characterized by:
   a) its mild working conditions;
   b) its simplicity;
   c) its speed.

Littérature

[1]) *P. N. Arata:* Ann. di Chim. e di Farmacol.; analysé dans Arch. d. Pharm. **225**, 90 et dans Z. anal. Chem. **28**, 639 (1889); cité dans le «Handbuch der Lebensmittelchemie», **2**, 1178 (1935).

[2]) *A. Fouassin:* Revue des Fermentations et des Industries alimentaires **7**, 195 (1952).

[3]) «Handbuch der Lebensmittelchemie», **2**, 1180 (1935).

[4]) «Handbuch der Lebensmittelchemie», **5**, 646, 648 (1938).

[5]) «Handbuch der Lebensmittelchemie», **5**, 808 (1938).

[6]) «Handbuch der Lebensmittelchemie», **7**, 325 (1938).

[7]) *G. Jakovliv, G. Colpé:* Ann. Fals. Fraudes **45**, 354, 435 (1952).

[8]) *P. Jaulmes:* «Analyse des vins». Librairie Coulet, Dubois et Poulain, à Montpellier, 321 (1942).

[9]) *O. Jordan:* «The Technology of Solvents», 2e éd., Leonard Hill, Ltd., à Londres, 238 (1940).

[10]) *A. Kling:* «Méthodes actuelles d'expertises employées au laboratoire municipal de Paris». Dunod, à Paris, **6**, 85 (1923).

[11]) «Manuel suisse des denrées alimentaires», 1e éd., 76 (1900).

[12]) «Manuel suisse des denrées alimentaires», 1e éd., 161 (1900).

[13]) «Manuel suisse des denrées alimentaires», 4e éd., 379—389 (1939).
[14]) *I. Mellan:* «Industrial Solvents». Reinhold Publishing Corp., à New York, 295—6 (1939).
[15]) *M. Mottier, M. Potterat:* Ces Trav. **43**, 118 (1952).
[16]) «Official and Tentative Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists», 6e éd., Washington, 272 (1945).
[17]) *M. Potterat, M. Mottier:* Ces Trav. **44**, 192 (1953).
[18]) *P. Ruggli, H. Benz:* Ces Trav. **25**, 345 (1934).
[19]) *P. Ruggli, P. Jensen:* Helv. **19**, 66 (1936).
[20]) *G. Séris:* Ann. Fals. Fraudes **45**, 110 (en particulier 112, note 3) (1952).
[21]) «Schweizerisches Lebensmittelbuch», 2. Auflage, 124 (1909).
[22]) «Schweizerisches Lebensmittelbuch», 2. Auflage, 214 (1909).
[23]) «Schweizerisches Lebensmittelbuch», 3. Auflage, 149 (1917).
[24]) «Schweizerisches Lebensmittelbuch», 3. Auflage, 282 (1917).
[25]) *E. Spaeth:* Z.U.N.G. **2**, 633 (1899).

Le dosage indirect de l'eau dans les produits sucrés

tels que le miel, la confiture, le glucose industriel, les extraits concentrés de fruits et la purée de tomate

Par *J. Terrier*

(Laboratoire cantonal, Genève)

Le dosage indirect de l'eau dans le miel, par exemple, n'est pas aussi simple qu'on peut le penser à la lecture des méthodes figurant soit dans le Manuel suisse des denrées alimentaires (4e édition), soit dans le «Handbuch der Lebensmittelchemie» de *Bömer*, *Juckenack* et *Tillmans*, vol. V (Springer, Berlin, 1938).

Qu'on chauffe à 103—105° (méthode du manuel), ou qu'on chauffe à 65—70° avec le concours d'une basse pression (méthode du «Handbuch»), on n'arrive pas au poids constant. Dans le premier cas il se produit une caramélisation qui affecte spécialement le lévulose, ainsi qu'on le lira plus loin et dont il résulte une perte constante de poids; dans le second cas, il est difficile d'obtenir l'entraînement des dernières traces d'eau.

Il existe d'innombrables travaux sur le dosage de l'eau, dont la liste serait trop longue à citer. Trois mémoires, parus récemment, l'un dans «Chimie analytique», 33, 159 (1951), sur la mesure de l'humidité, le second dans les «Annales des falsifications et des fraudes», 44, 122 (1951) sur la détermination du résidu sec dans les substances alimentaires et le troisième dans les «Pharmaceutica acta helvetiae», 27, 121 (1952), intitulé: Der Wassergehalt im Trockenplasma und dessen Bestimmung, résument très bien l'état actuel de la question.

Je propose ci-dessous un procédé de dosage indirect permettant d'arriver au poids constant et sans risque de décomposer les sucres.