

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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 28 (1937)

Heft: 5-6

Artikel: Application de l'analyse capillaire à la séparation des colorants : autorisés par l'Ordonnance fédérale du 26 mai 1936

Autor: Deshusses, Jean

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982905>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. 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. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

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. [Voir Informations légales.](#)

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. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 15.03.2025

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

Application de l'analyse capillaire à la séparation des colorants

autorisés par l'Ordonnance fédérale du 26 mai 1936

par Dr. JEAN DESHUSSES, chimiste au Laboratoire cantonal de Genève.

Les chimistes se heurtent à de grandes difficultés lorsqu'ils doivent identifier tous les colorants qui entrent dans la composition d'une matière colorante complexe. Le problème de la séparation des colorants se pose à l'hygiéniste dans de nombreux cas. En effet, les colorants offerts par les industriels pour colorer non seulement les denrées alimentaires mais aussi les jouets, les fards, etc. sont le plus souvent constitués par des mélanges de deux ou de trois colorants. Les méthodes de séparation ne sont pas nombreuses et le «Manuel suisse des denrées alimentaires» n'en cite aucune.

Dans un court mémoire paru récemment¹⁾, j'ai résumé une technique simple pour séparer les constituants d'un colorant complexe. Cette technique, convenable pour les poudres grossières, échoue lorsque la poudre est très fine et homogène. Il restait à vaincre cette difficulté et, d'autre part, à trouver une méthode permettant l'analyse des colorants dissous dans un liquide quelconque. La méthode que je propose et qui est celle de Goppelsröder m'a donné toute satisfaction, elle mérite sans contredit d'être utilisée dans les laboratoires de contrôle. Parmi les méthodes de séparation que l'on trouve citées dans la littérature chimique, celle de *Chapman et Siebold*²⁾ met à profit les propriétés adsorbantes que possède le kaolin à l'égard de certaines matières colorantes. L'auramine, le violet de méthyle sont adsorbés par le kaolin tandis que le bordeaux R, le jaune naphtol, l'éosine, la tartrazine ne le sont pas.

Chapman et Siebold ont pu séparer, au moyen du kaolin, le cristal violet d'avec le jaune naphtol et l'éosine; le violet de méthyle d'avec le jaune naphtol; le bleu soluble d'avec le jaune naphtol. L'intérêt de cette méthode est cependant singulièrement diminué par le fait qu'un très grand nombre de colorants ne sont pas adsorbés par le kaolin, ce qui rend toute séparation impossible.

D'autres méthodes sont basées sur la solubilité des matières colorantes dans des dissolvants organiques. C'est le cas des méthodes adoptées par l'Association américaine des chimistes agricoles³⁾. Elles permettent une séparation de l'amarante, du ponceau 3 R, du ponceau SX, de l'érythro-sine, de l'orange I, du vert lumière jaunâtre SF, du bleu brillant FCF, de l'indigotine, du jaune naphtol, de la tartrazine, etc.

¹⁾ *Jean Deshusses*, Mitt. Lebensm. u. Hyg., Bd. 28, p. 115 (1937).

²⁾ *Chapman et Siebold*, Analyst, p. 339 (1912).

³⁾ Official and tentative methods of analysis, 4th édition, 1935.

*Nichols*⁴⁾ a publié une méthode pour séparer quelques colorants prohibés, naturels ou synthétiques. La matière colorante est extraite au moyen d'une solution ammoniacale. Cette solution contenant la matière colorante est neutralisée puis rendue très légèrement acide. On extrait ensuite le colorant avec de l'éther. L'éther est secoué avec une solution de soude caustique 0,01 N. L'éther ainsi traité est ensuite additionné de son volume d'éther de pétrole. Le mélange est agité avec une solution de soude. Si les diverses solutions de soude provenant des épuisements successifs ne sont pas colorées, l'auteur conclut à l'absence de colorants prohibés. Si oui, il peut s'agir de l'acide picrique, du jaune Victoria, du jaune de Manchester, de l'aurin ou de la gomme gutte. L'auteur donne ensuite une méthode de séparation de ces divers colorants.

*Kling*⁵⁾ constate dans son traité, qu'il n'existe pour le moment aucune méthode générale de séparation. Il en propose cependant une qui consiste à épuiser le colorant avec des dissolvants divers. Les épuisements peuvent se faire dans un appareil de Soxhlet. L'éther acétique additionné de 15% en volume d'alcool à 95° dissout les dérivés chlorés, bromés ou iodés des phtaléines, les rhodamines, les orangés I, II, III, IV, le jaune acide G, l'écarlate R, le violet acide 6 B. L'alcool absolu dissout le ponceau 2 R, le rouge solide E, le bordeaux S, la chrysoïne.

L'alcool à 60° et l'eau dissolvent les colorants insolubles dans les dissolvants précédemment cités. Lorsque les colorants sont dissous dans un dissolvant quelconque, la solution doit être d'abord versée sur du papier filtre. On procède à l'épuisement du colorant par la méthode décrite plus haut, après avoir séché le papier filtre à l'étuve.

Il y a cependant un grave inconvénient à restreindre la portée d'une méthode à la recherche de quelques colorants seulement, toxiques ou non. Il serait préférable d'avoir en main une méthode qui permît la séparation de tous les colorants qu'ils soient autorisés ou non. Après maints tâtonnements et maints échecs, il m'a paru que la méthode la plus simple et la plus recommandable était l'analyse capillaire. Le principe de cette méthode est dû à *Goppelsræder*⁶⁾. Je n'ai rien innové, j'ai pris au chimiste bâlois le principe de sa technique opératoire et je l'ai appliqué à la séparation des matières colorantes autorisées en Suisse.

Méthode.

Pour que la séparation des colorants s'opère facilement, il faut que leur concentration dans un dissolvant quelconque soit assez élevée. Toute-

⁴⁾ *Nichols*, *Analyst*, T. 52, p. 585 (1927), *Z. U. L.*, Bd. 64, p. 587 (1932).

⁵⁾ *Kling*, *Méthodes actuelles d'expertises*, T. 6, p. 61 (1922).

⁶⁾ *Goppelsræder*, Ueber ein Verfahren, die Farbstoffe in ihren Gemischen zu erkennen. *Verh. Naturf. Gesellsch. Basel*, Bd. 3, p. 268 (1861), id. Bd. 14, p. 74 et 150 (1901). Consulter également «*Capillaranalyse*», 3 vol., Bâle, 1901, 1904 et 1907.

fois, aucune précision ne peut être donnée quant à la concentration optimum car celle-ci varie avec les mélanges et avec les dissolvants.

La solution du colorant est répartie dans une série d'éprouvettes (longueur 18 cm, diamètre 17 mm) à raison de 2 à 3 cm³ par éprouvette.

La première éprouvette contient la solution aqueuse du colorant; la seconde éprouvette, la même solution aqueuse additionnée de 1 à 2 gouttes d'acide chlorhydrique concentré; la troisième éprouvette, la solution aqueuse additionnée de quelques gouttes d'ammoniaque concentré; la quatrième éprouvette, la solution aqueuse additionnée de son volume d'alcool à 95°, enfin, la dernière éprouvette contient une solution acétonique du colorant. Les milieux qui se révèlent inefficaces pour séparer certains mélanges de colorants sont éliminés au cours des premiers essais.

On plonge dans le liquide de chaque éprouvette une bandelette de papier filtre ordinaire de 20 cm de long et de 1 cm de large.

Dans une dernière éprouvette, on utilise, à la place de papier filtre, une bandelette de papier d'amiante. On réussit parfois à tirer au moyen d'amiante un colorant à l'état pur d'un mélange de deux ou de trois colorants.

Le dissolvant (eau, alcool, acétone, etc.) contenant les colorants monte dans le papier filtre par capillarité et, au bout d'un temps variable, les colorants se séparent les uns des autres en formant des zones colorées plus ou moins étendues et plus ou moins nettes. Après 20 à 60 minutes, on retire le papier filtre de l'éprouvette et l'on sectionne au moyen de ciseaux les zones différemment colorées. On plonge de nouvelles bandelettes de papier filtre dans les éprouvettes et l'on recommence les opérations précédemment décrites jusqu'à ce qu'on ait extrait une quantité suffisante de colorant pour effectuer tous les essais d'identification. Les fragments de papier filtre d'une même couleur sont réunis et l'on extrait le colorant du papier filtre au moyen d'eau chaude.

On évapore à sec la solution aqueuse dans de petites capsules de porcelaine. Il est rare que le colorant obtenu par une première extraction soit absolument pur. Les réactions colorées que donnent les acides dilués, les acides concentrés, la soude caustique à 10% fournissent une indication sur la pureté du colorant extrait. Il est recommandable de le purifier une seconde fois par la méthode qui vient d'être décrite. On choisit dans ce but le dissolvant qui, au cours des essais, a montré la plus grande puissance de séparation.

Exemples de séparation de colorants au moyen de l'analyse capillaire.

Pour donner plus de clarté à l'exposé de la méthode, je crois utile de donner ici quelques exemples de séparation.

1. *Tartrazine-ponceau*. Je dissous 0,1 g de chacun des colorants dans 100 cm³ d'eau distillée. Cette solution est ensuite versée dans des éprou-

vettes à raison de 2 à 3 cm³ par éprouvette. La première éprouvette contient la solution aqueuse du colorant; la seconde, la solution ammoniacale; la troisième, la solution acétique; la quatrième, la solution acétonique, enfin, la dernière, la solution méthylique. Les bandelettes de papier filtre restent plongées pendant 90 minutes dans les différents liquides.

Les solutions acétique et méthylique ne donnent lieu à aucune séparation. Ces solutions sont éliminées d'emblée. La solution aqueuse permet de séparer le colorant jaune. Le papier est coloré sur une longueur de 16 cm. La base de la bandelette est colorée en rose sur une longueur de 13 cm. Le colorant rose n'est pas pur, c'est un mélange de rouge et de jaune. Une zone jaune pur de 3 cm de long fait suite à la zone rose. Seule la partie jaune de la bandelette est conservée. J'en extrais le colorant en lavant le papier avec de l'eau chaude. Une partie de la solution sert à teindre un fragment de laine. Le reste de la solution est évaporé dans de petites capsules de porcelaine. Je fais quelques réactions sur le résidu d'évaporation avec les acides concentrés, les acides dilués, etc. Ces réactions me montrent que le colorant isolé est de la tartrazine pure.

La solution ammoniacale est convenable pour tirer le jaune du mélange mais elle ne présente aucun avantage sur la solution aqueuse.

La solution acétonique permet de séparer le colorant rouge. Le papier filtre est coloré sur 11 cm. Les colorants après s'être séparés, forment deux zones. La première, longue de 9 cm, de couleur rougeâtre, est formée par le mélange de deux colorants. La seconde zone est rose sur 2 cm. Le colorant rose est suffisamment pur pour être extrait et caractérisé. Le colorant est entraîné avec de l'eau chaude. Une portion de la solution aqueuse sert à teindre de la laine. L'autre portion est évaporée à sec. Le résidu est utilisé pour caractériser le colorant au moyen des réactions colorées obtenues avec les acides concentrés, les acides dilués, la soude caustique, etc. Le colorant rouge extrait du mélange est le ponceau pur.

Avec le même succès, j'ai séparé les constituants des mélanges suivants: jaune acide-rocelline; tartrazine-indigotine. Ensuite, j'ai appliqué la méthode à la séparation de trois colorants.

2. *Tartrazine-indigotine-amarante*. Les bandelettes de papier filtre sont laissées une heure en contact avec les différentes solutions contenant le mélange des colorants.

En solution aqueuse, la bandelette est colorée sur 11 cm. La séparation s'est effectuée selon les zones suivantes: la première, de couleur violacée (longueur 9 cm), la seconde, rouge (longueur 2 mm), la troisième, jaune (longueur 7 mm). La solution aqueuse ne permet donc pas une séparation nette de tous les colorants mais elle peut servir à tirer le jaune du mélange.

En solution ammoniacale, la bandelette est colorée sur 14 cm. Les colorants se sont séparés en formant les trois zones suivantes: zone noirâtre (longueur 6 cm), zone rouge (longueur 6 cm), zone jaune (longueur 0,5 cm). La solution ammoniacale est donc convenable pour tirer le rouge du mélange.

En milieu alcoolique, je n'ai pu obtenir aucune séparation. La solution acétonique est excellente pour tirer le bleu du mélange.

La bandelette plongée dans la solution acétonique est colorée sur 6 cm. Les quatre zones suivantes se succèdent: à la base, zone violacée (longueur 1 cm), puis, zone rouge violacée (longueur 1 cm), zone brunâtre (longueur 1 cm), enfin, une zone bleue (longueur 3 cm).

Dans une dernière éprouvette, j'ai utilisé, à la place de papier filtre, une bandelette de papier d'amiante. L'amiante a séparé une quantité importante de tartrazine en plongeant la bandelette dans la solution aqueuse.

J'ai vérifié la pureté des colorants bleu et rouge extraits, l'un de la solution acétonique, l'autre de la solution ammoniacale en procédant à quelques essais avec les acides dilués et les acides concentrés. Ces essais me montrent que ces deux colorants ne sont pas purs. Je les purifie par la méthode que je propose en utilisant la solution acétonique pour le bleu et la solution aqueuse pour le rouge. J'ai finalement obtenu les trois colorants, jaune, bleu, rouge, à l'état pur.

Application de l'analyse capillaire à la séparation des mélanges de colorants commerciaux.

1. Matière colorante pour boissons sans alcool. Cette matière colorante est une poudre très homogène. L'analyse capillaire m'a permis de séparer les deux colorants qui entrent dans sa composition: tartrazine et ponceau 3 R.

J'ai préparé une solution aqueuse de ce colorant en dissolvant 0,1 g de poudre dans 100 cm d'eau distillée.

Le colorant jaune a été extrait du mélange au moyen d'une bandelette de papier d'amiante que j'ai plongée dans la solution aqueuse. Seule la tartrazine monte par capillarité tandis que le colorant rouge reste fixé à la base de la bandelette. Après trois jours, la bandelette est colorée en jaune sur 11 cm. Le colorant jaune est extrait de l'amiante au moyen d'eau distillée. Les réactions colorées obtenues avec les acides concentrés, les acides dilués, la soude caustique à 10% sont identiques à celles de la tartrazine. La couleur de la laine teinte et l'essai de réduction confirment ces résultats.

Le papier filtre plongé dans la solution ammoniacale est coloré sur 16 cm. Une zone rougeâtre, longue de 9 cm, couvre la base de la bandelette. Viennent ensuite une zone rouge, longue de 2 cm, puis une zone

jaune de 3 cm de long. La solution ammoniacale peut donc être utilisée pour séparer le jaune du mélange.

En solution méthylique, les colorants constituent deux zones. La première est de couleur orangée (longueur 6,5 cm), la seconde est rouge sur 1,5 cm de long. La solution méthylique peut donc être choisie pour obtenir le rouge. Après avoir extrait le colorant du papier filtre, j'ai évaporé la solution dans de petites capsules de porcelaine et j'ai effectué sur le résidu d'évaporation quelques réactions colorées. Ces réactions concordent avec celles du ponceau 3 R.

Conclusion. Cette matière colorante pour boissons sans alcool est constituée par un mélange de tartrazine et de ponceau 3 R.

2. *Matière colorante «vert chartreuse» pour spiritueux.* Ce colorant est vendu en Suisse pour colorer certains spiritueux. L'emballage ne porte aucune indication sur la nature des colorants qui entrent dans la composition du mélange.

La solution primitive est diluée avec 5 fois son volume d'eau distillée. La solution aqueuse et la solution ammoniacale ne conduisent à aucune séparation. En utilisant le milieu acétonique, je suis parvenu à séparer les constituants de la matière colorante. La bandelette de papier filtre est colorée sur 11 cm dont 4 cm en vert foncé, 2 cm en vert jaune et 5 cm en bleu vert. Les fragments de papier colorés en vert jaune sont réunis et la couleur est extraite avec de l'eau distillée. La solution est évaporée à sec et le résidu est repris avec de l'acétone. L'analyse capillaire permet d'extraire du colorant jaune la faible quantité d'un colorant bleu qui le souillait. Les réactions de ce colorant jaune sont identiques à celles de la tartrazine. Le colorant vert bleu est purifié de la même manière. Les réactions que présente ce colorant ne me permettent pas de le classer parmi les colorants autorisés.

Conclusion. Le colorant «vert chartreuse» est constitué par un mélange de tartrazine et d'un colorant non autorisé par l'Ordonnance fédérale du 26 mai 1936.

3. *Colorant naturel «vert».* Cette spécialité française est très répandue en Suisse Romande. Elle est surtout utilisée par les confiseurs.

Le milieu qui m'a permis de séparer facilement les colorants est la solution acétonique. Après une heure de contact avec cette solution, la bandelette de papier filtre est colorée sur 11 cm. Les colorants forment trois zones: la première de couleur verte (longueur 3 cm), la seconde bleue (longueur 2 cm), la troisième jaune (longueur 6 cm). Les colorants bleu et jaune ont été purifiés au moyen de l'analyse capillaire en utilisant l'acétone comme dissolvant.

Les réactions colorées obtenues avec le chlorure ferrique, l'acétate d'urane, la soude caustique à 10%, etc. m'ont permis de classer le colo-

rant jaune dans le groupe des flavones. Le colorant bleu présente toutes les réactions de l'indigotine.

Conclusion. Le colorant naturel «vert» est constitué par un mélange d'indigotine et d'un colorant jaune appartenant aux groupe des flavones.

4. *Fard pour lèvres.* Ce fard, préparé en France, consiste en une matière grasse colorée en rouge-orangé. Pour extraire le colorant de la matière grasse, j'ai fait bouillir une petite portion de fard dans de l'eau distillée. Après refroidissement, j'ai filtré la solution et j'ai évaporé le filtrat à sec. Le résidu, dissous dans un peu d'eau, a été soumis à l'analyse capillaire. Seule la solution aqueuse du colorant permet de séparer les colorants. Les autres milieux (alcoolique, acétonique) ne conviennent pas.

Après trois heures, la bandelette de papier filtre, est colorée sur 11 cm. Un colorant rose se sépare à l'état pur dans la partie supérieure de la zone colorée. Ce colorant présente tous les caractères de l'éosine.

La base de la bandelette est colorée en jaune brun. Cette zone est séparée du colorant rose et la matière colorante est extraite avec de l'eau chaude. Les réactions colorées me montrent que le colorant jaune brun est souillé par de l'éosine. Le mélange est soumis à une purification au moyer de l'analyse capillaire mais le colorant jaune reste toujours souillé par de l'éosine. Je le purifie une dernière fois en extrayant l'éosine par de l'éther en solution acétique. Le colorant jaune ne présente aucune réaction qui permette de le classer parmi les colorants autorisés par l'Ordonnance fédérale.

Conclusion. La matière colorante de ce fard pour lèvres est un mélange d'éosine et d'un colorant jaune non admis par l'Ordonnance fédérale,

Résumé.

1. J'ai appliqué la méthode de Goppelsröder à la séparation des matières colorantes autorisées par l'Ordonnance fédérale du 26 février 1936.
2. J'ai vérifié l'efficacité de cette méthode de séparation sur quelques mélanges de colorants que j'ai préparés.
3. J'ai étudié au moyen de cette méthode quelques matières colorantes vendues en Suisse pour colorer les denrées alimentaires. L'analyse capillaire m'a permis, dans certains cas, d'isoler d'un mélange de colorants, certains d'entre eux non admis par l'Ordonnance fédérale.