**Lucrarea de laborator nr. 4**

**IDENTIFICAREA DIOXIDULUI DE SULF ŞI A DERIVAŢILOR**

 Dioxidul de sulf (E220) obţinut prin combustia sulfului, numit şi anhidridă sulfuroasă, este un gaz incolor, cu miros iritant şi sufocant, solubil în apă şi alcool. El acţionează prin ionul SO32; are acţiune bactericidă mediocră (numai în mediu acid) şi foarte slabă faţă de germenii de putrefacţie (anaerobi), dar este activ faţă de drojdii şi mucegaiuri. Fiind reducător, protejează vitamina C de oxidare. În alimente, o parte din SO2 se poate lega la grupările carbonil ale unor componenţi ai acestora (SO2 legat), o parte se poate oxida la SO22-, iar restul rămâne liber (SO2 liber); SO2 liber se îndepărtează în timpul fabricării alimentelor.

Are o toxicitate relativ ridicată (DL50 oral de iepure = 650 mg/kg corp); este iritant pentru mucoasele digestive, are un gust şi miros dezagreabil şi excesul se percepe în aliment.

În industria vinului se utilizează pentru dezinfecţia echipamentului de fabricaţie şi pentru controlul fermentaţiei, în care caz dioxidul de sulf are rol antiseptic, de antioxidant, dizolvant (al pigmenţilor antocianici şi al taninurilor), de limpezire şi de ameliorare gustativă.

Ca antiseptic, manifestă acţiune bacteriostatică şi bactericidă selectivă, în funcţie de următorii factori:

- conţinutul de alcool: amplifică efectul antiseptic;

- temperatura ridicată: măreşte acţiunea antiseptică;

- prezenţa zahărului: atenuează acţiunea SO2;

- specia de microorganisme: bacteriile sunt mai puţin rezistente decât drojdiile.

Prin combinarea cu acetaldehida, ameliorează gustul şi conservă prospeţimea aromei vinului. Ca substanţă de limpezire, manifestă proprietăţi floculante faţă de coloizii mustului.

Adaosul de dioxid de sulf se află sub incidenţa legislaţiei viniviticole din RM, dozele maxim admise depinzând de starea de sănătate a strugurilor, mustului şi vinului, vârsta vinului şi compoziţia acestuia. Sulfitarea se execută pe tot parcursul procesului tehnologic, de la prelucrarea strugurilor, până la îmbutelierea vinului.

Printre compuşii cu sulf utilizaţi în industria alimentară se numără sulfiţii: sulfitul de sodiu anhidru (Na2SO3) E221, sulfitul de sodiu hidratat (Na2SO3·7H2O), sulfitul de calciu (CaSO3) E226, bisulfitul de sodiu (NaHSO3) E222, bisulfitul de calciu [Ca(HSO3)2] E227, metabisulfitul de sodiu (Na2S2O5) E223, metabisulfitul de potasiu (K2S2O5) E225.

În afară de fructe deshidratate şi vin, SO2 şi derivaţii cu sulf se folosesc pentru obținerea de: dulceţuri, marmelade, gemuri, pastă de tomate, siropuri naturale, concentrate de fructe. Ca urmare a studiilor de toxicitate efectuate până în prezent, s-a estimat o doză zilnică admisă de 0,7 mg/kgcorp.

Dioxidul de sulf şi derivaţii săi prezintă riscul producerii reacţiilor alergice, a vomei, durerilor abdominale, ameţealii, dificultăţilor de respiraţie și distrug vitaminele B1 şi B6.

**Scopul lucrării**: identificarea dioxidului de sulf şi a sulfiţilor în diferite produse alimentare. Se va insista pe depistarea sulfiţilor adăugaţi fraudulos în preparatele de carne (pentru a masca descompunerea şi alterarea acestor produse alimentare).

1. **Reacţii de identificare cu verde malachit** (metoda Korff şi Kaplan). În principiu, aceasta se bazează pe decolorarea unei soluţii de verde malachit de către sulfit. Metoda este propusă pentru depistarea sulfiţilor adăugaţi în preparatele de carne, pentru a masca descompunerea şi alterarea lor; totuşi, testul are posibilităţi de aplicare mai largi, cu condiţia respectării intervalului de pH în care este interpretabil şi al condiţiilor de interferenţă.

**Principiul metodei**: Se bazează pe reacţia de culoare a dioxidului de sulf şi a sulfiţilor cu verde malachit.

**Produsul testat**: carne tocată.

**Reactivi şi materiale**:

- soluţie verde malachit: se dizolvă 200 mg verde malachit în 100ml apă şi se diluează la 1litru; soluţia este stabilă câteva săptămâni, dacă este păstrată în flacoane de polietilenă;

- spatulă,

- placă de faianţă.

**Modul de lucru pentru carne:**

Se aşează circa 3-4g carne tocată pe o placă de faianţă de 8x8cm sau altă suprafaţă albă; se adaugă 0,5ml soluţie verde malachit şi se amestecă foarte bine cu o spatulă, timp de 2min; se observă culoarea după 10 minute. În prezenţa sulfiţilor, verdele malachit este decolorat (în cazul produsului lipsit de dioxid de sulf şi sulfiţi, carnea tratată cu soluţie verde malachit va căpăta o culoare albastră-verde; dacă produsul a fost tratat cu dioxid de sulf pentru a masca alterarea, în prezenţa soluţiei de verde malachit carnea îşi va păstra culoarea intactă). Testul nu este interferat de nici una dintre substanţele chimice folosite la prepararea acestor produse, ca: azotiţi, azotaţi, sare, glucoză, acid ascorbic. Mediul alcalin în exces (pH=11) decolorează colorantul, iar aciditatea mai mare decât pH=3, duce la virarea în galben; între intervalele de pH=3-11, rezultatele sunt reproductibile.

Limita de sensibilitate este destul de scăzută şi anume 25 p.p.m.; pentru decelarea sulfitului de sodiu, proba cu colorant se lasă 1oră.

**2. Reacţii de identificare - proba hidrogenului sulfurat**

**Principiul metodei**: se bazează pe reducerea dioxidului de sulf cu zinc în mediu acid, până la H2S, care este apoi identificat ca sulfură de plumb.

**Produsul testat:** vin, sucuri de fructe, fructe deshidratate.

**Reactivi şi materiale**:

- acid clorhidric diluat;

- granule de zinc;

- hârtie de filtru impregnată cu acetat de plumb 5%;

- eprubetă cu dop;

-vas pentru determinarea arsenului prin metoda Gutzeit

**Modul de lucru:**

Se tratează 25g probă cu acid clorhidric diluat şi câteva granule de zinc (fără sulf) într-un vas asemănător cu cel pentru determinarea arseniului prin proba Gutzeit. Hidrogenul sulfurat generat în prezenţa sulfiţilor, poate fi identificat cu hârtie de filtru impregnată cu acetat de plumb, introdusă în tubul dopului (trebuie avut în vedere că urme de sulfuri metalice ocazionale prezente în vegetale, au aceeaşi reacţie ca şi sulfiţii).



**Instalație pentru determinarea dioxidului de sulf prin metoda Gutzeit.**

 Instalația de laborator se utilizează pentru determinarea cantitativă și semicantitativă a dioxidului de sulf în soluție. Este constituită dintr-un recipient de sticlă cu volum de cca. 30 ml (7), sigilat cu dop de cauciuc cu una sau două găuri (4). Printr-o gaură se introduce un tub de ciulin (2), aproape ajungând în partea de jos, pentru umplerea recipientului (ce se poate face și când scoatem dopul - pentru determinarea semicantitativă). Al doilea tub în formă de S (3) este destinat scurgerii de gaze și este asociat printr-un alt dop de cauciuc (8) la un tub bulb (5), care conține bumbac pre-uscat ca adsorbant, destinat pentru omogenizarea fluxului de gaz. O hârtie subțire cu reactiv (6), impregnată cu clorură de mercur (II) (în prezent înlocuită cu bromură de mercur (II)) sau azotat de argint (I), este plasată în capătul deschis al tubului bulbului. Dacă se efectuează varianta semicantitativă, hârtia se pune în (numai) tubul de ciulin vertical, nu orizontal. În timpul testului ca. 3 g de granule de Zn sunt plasate în recipientul de sticlă (1), chiar sub capătul tubului de ciulin și apoi se adaugă soluție acidă (aproximativ 15 ml; se recomandă ca HCl să fie înlocuit cu H2SO4). Sunt necesare aproximativ 10 minute pentru a lăsa H2 să se evacuieze de-a lungul hârtiei reactive, în timp ce acest flux și conținutul de umiditate din interior se stabilizează. Apoi se introduce proba, iar în cazul soluției de probă care conține dioxid de sulf, hârtia devine mai mult sau mai puțin colorată.

**Interpretarea rezultatelor:** Pe baza datelor experimentale, se formulează concluzii referitoare la prezenţa dioxidului de sulf (E220) şi a sulfiţilor în probele de analizate.