

A borvizsgálatoknál legújabbán alkalmazott módszerek *

HAJÓS GYÖRGY, BÁRTFAI ZOLTÁN, KOSINSZKY VIKTORNÉ ÉS PAPHÁZY GABRIELLA
Országos Borminősítő Intézet, Budapest

Az Országos Borminősítő Intézet a feladatköréhez tartozó minták vizsgálatát mindig az érvényben levő szabványok előírásai szerint végzi, azonban előfordulnak olyan vizsgálatok, melyeknél szabványelőírások ezideig még nincsenek. Az alábbiakban főként ilyen új vizsgálati eljárások kidolgozásával és ezek tanulmányozásával foglalkozunk.

Magyar borok nitráttartalmának mennyiségi meghatározása

A vizeséssel történő hamisítások kimutatásának egyik alapja a pozitív nitrát-reakció. A bor természetes nitráttartalma igen alacsony, nagyobb mennyiségű nitrát csak idegen anyagokból, legtöbbször szennyezett víz hozzáadása útján kerülhet a borbá. Tekintettel azonban arra, hogy maga a bor is tartalmaz csekély mennyiségű nitrátot, felmerült a kérdés, hogy hol van az a határ, amelynél magasabb nitráttartalom nem fogadható el a bor természetes alkotórészeként. A szakirodalom a magyar borok nitráttartalmára vonatkozólag nem közöl számszerű adatokat, a német szakirodalom *Tillman* vizsgálataira hivatkozik, aki 32 német bor elemzése alapján az átlagos nitráttartalmat 6, a maximumot 18,75 mg/l-ben állapította meg.

Szükséges volt tehát a magyar borok természetes nitráttartalmát mennyiségileg meghatározni. Ebből a célból a Szőlészeti Kutató Intézet Kísérleti Telepeiről 5 különböző borvidékről származó 61 db feltételezhetően természetes bort vizsgáltunk meg. A vizsgálatokat az MSZ 9475 szabvány szerint végeztük. A megfelelő módon előkészített borból difenilamin reakcióval kapott kék szín erősségét kémcsőben különböző töménységű, ismert nitráttartalmú oldatokkal hasonlítottuk össze. Ennél a vizsgálati módszerrel az összehasonlító oldatokat mindig frissen kell készíteni, s az eljárás nehézkes. Ezért megkíséreltük a színerősséget fotométerrel meghatározni.

A vizsgálatokat „Labor 53—11” típusú egyfényelemes fotométerrel végeztük. Először ismert nitráttartalmú oldatokkal határoztuk meg a különböző koncentrációnak megfelelő, a műszer skálájáról leolvasható értékeket. Ezeket az értékeket ismételt vizsgálatok esetén csekély szórással mindig újra megkaptuk. A műszer 0—2,0 mg/l nitráttartalmú oldatok mérésére alkalmas, tehát 10-szeres hígítással 0—20 mg/l nitráttartalmú borokat lehet vele vizsgálni. Az ennél magasabb nitráttartalmú borokat nagyobb mértékben kell hígítani. Az ismert nitráttartalmú oldatokkal kapott, és a műszer-mutató állásából leolvasott értékek alapján grafikont szerkesztettünk, ennek segítségével meg lehet határozni az ismeretlen töménységű oldatok nitráttartalmát. A fotométeres meghatározást a szabvány által előírt vizsgálati módszerrel párhuzamosan végeztük és az eredmények mindig egyeztek, sőt a fotométerrel finomabb különbségeket lehetett megállapítani, mint a szabványban leírt módon szabad szemmel történő színösszehasonlítással.

Az összehasonlító vizsgálatokból megállapítható, hogy az egyfényelemes fotométer a borok megfelelő hígítása mellett a nitráttartalom meghatározására jól felhasználható.

A 61 db borminta elemzése alapján kapott eredményekből a magyar borok nitráttartalmára vonatkozólag a következőket lehet megállapítani:

* Az 1961. évi II. Élelmiszeripari Tudományos Tanácskozáson tartott előadásból.
(Szerk.)

A borok átlagos nitráttartalma borvidékenként változó, legalacsonyabb a Kecskemétről, legmagasabb a Pécsről származó boroknál. A nitráttartalom egyes borvidékek szerint:

Tokajhegyalja	8 db minta nitráttart.	1,0—20,5 mg/l	átlag 10,8 mg/l
Pécs	20 db minta nitráttart.	5,0—25,0 mg/l	átlag 14,1 mg/l
Kecskemét	16 db minta nitráttart.	1,0—10,0 mg/l	átlag 3,4 mg/l
Budaacsony	10 db minta nitráttart.	4,5—13,5 mg/l	átlag 7,5 mg/l
Eger	7 db minta nitráttart.	5,0—25,0 mg/l	átlag 12,9 mg/l

A magyar borok nitráttartalma átlagosan és a maximális értéket tekintve is magasabb, mint az említett német boroké. A 61 minta közül 4 minta 20 mg/l-nél több nitrátot tartalmazott.

Minimális mennyiségű nitrát mindegyik mintában található volt.

A szabvány szerint végzett minőségi kimutatás alapján a 18 mg/l-nél több nitrátot tartalmazó borok pozitív reakciót adnak.

A nitráttartalom felső határának végleges lerögzítéséhez még további más borvidékről származó borok vizsgálatára van szükség.

Szesz- és extrakttartalom gyors meghatározása refraktométerrel

A meghatározás egyszerűsítésével már korábban foglalkoztunk. A piknométeres meghatározás meglehetősen hosszú időt vesz igénybe és igen pontos munkát követel. Elsősorban abból indultunk ki, hogy a szerteágazó munkafeladatokkal ellátott üzemi borászati laboratóriumok részére olyan eljárást adjunk, mely a szesz meghatározást gyorsan és megfelelő pontossággal képes megoldani. Célszerűnek kínálkozott a párlat refraktométeres meghatározása.

Az 1960-as évben történt nyugatnémet tanulmányút alkalmával tapasztalatcsere révén egy újabb vizsgálati módszer birtokába jutottunk. A módszerrel a bor alkohol és extrakt tartalma is meghatározható a refrakcióból és fajsúlyból. A módszer szeszestialok meghatározására alkalmas, azonban sör és bor vizsgálatánál nagyobb különbségek lépnek fel. A módszer hibahatára $\pm 0,06$ — $0,09$ térf. % alkohol, a desztillációs eljárásához képest. Sör és bor esetében azonban a desztillációs eljárás eredményeihez képest $+0,35$ — $0,40$ térf. % különbség mutatkozik. Sör esetében a fellépő különbségeket csökkenteni lehet a kidolgozott korrekció alkalmazásával. A bor esetében fellépő különbségekkel szemben azonban mindeddig nem sikerült megfelelő korrekció meghatározása, mivel nem sikerült az eltérésekben szabályszerűséget találni.

A munkamenet egyszerű, meg kell határozni merülő refraktométerrel a bor törésmutatóját 20°C -nál. Utána pikométerrel a fajsúlyt kell meghatározni $20^{\circ}\text{C}/20^{\circ}\text{C}$ -on. A két értékből számítható ki a bor szesz tartalma és extrakt tartalma táblázatok segítségével. A táblázatok a szesz-, ill. extrakt tartalmát adják meg g/l-ben a mért törésmutatók és fajsúlyoknak megfelelően. A módszer alkalmazható 20°C -tól eltérő hőmérsékleten is. Ekkor azonban a sorozatmeghatározások bonyolultabbak. Ugyanis a refrakciót és a fajsúlyt azonos hőmérsékleten kell mérni, a fajsúlyt 4°C -hoz kell viszonyítani. Ez az elvégzendő munkában többletként jelentkezik. A számolásnál is bizonyos hőmérsékleti korrekciókat kell alkalmazni, tehát sokkal kézenfekvőbb a 20°C -os hőmérséklet beállítása a mérés előtt.

Abban az esetben, ha nem szükséges teljesen pontos meghatározást végezni, a fajsúlymérés areométerrel is keresztülvihető. A táblázatos ki-

keresést megelőzően azonban az így mért fajsúlyt át kell számítani $20^{\circ}/20^{\circ}$ -ra. A merülő refraktométer helyett használható Abbé-féle refraktométer is ebben az esetben, így a meghatározás manuális része nagymértékben meggyorsul, természetesen azonban ez a pontosság rovására megy. Míg az előbbi meghatározás pontossága $\pm 0,1$ térf. % alkohol alatt van, addig ennek a gyorsabb meghatározásnak a pontossága csupán $\pm 0,2-0,3$ térf. %.

Meg kell jegyezni, hogy a korábbi munkánknál is felléptek különbségek, mikor a merülő refraktométert közvetlenül a párlat meghatározáshoz használtuk fel. Itt hasonló nagyságrendű eltérések léptek fel a piknométeres meghatározással szemben, aminek okát mindeddig nem sikerült kideríteni. A svájci élelmiszerkönyvben levő Ackermann-féle táblázat használatával sikerült a különbségeket a piknométeres meghatározáshoz képest kb. $0,1$ térf. %-ra leszorítani. Ugyanitt módszerek találhatók a bor fajsúlyából és refrakciójából történő szesz- és extrakt-meghatározására, megfelelő képletek alkalmazásával.

További feladatunknak tartjuk úgy a német, mint a svájci módszerek sorozatos vizsgálatát, az említett módszerek használhatósági határainak megállapítására, valamint a különbségeket okozó tényezők meghatározására.

Bertrand-féle cukortartalom meghatározás tanulmányozása

A cukormeghatározások az alacsony cukortartalmú borokat kivéve Bertrand módszerrel történnek. Tehát ide tartoznak a mustok, sűrített mustok, csemegeborok, tokaji édes szamorodni és aszúborok. A meghatározások során azt tapasztaltuk, hogy a Bertrand-módszer magasabb inverteukor tartalmat ad a vártnál. Itt részben refrakció értékek szolgáltattak összehasonlító alapot a sűrített mustoknál, részben pedig a Pálinkás-féle mustfokinvert cukortartalom táblázat. Ez a tény irányította rá a figyelmet, hogy behatódobban tanulmányozzuk a Bertrand módszert. Az élelmiszeriparban érvényes szabványok sem mutatnak egyöntetűséget a módszer gyakorlati keresztülvitelének leírásában. A vizsgálat összes körülményeinek pontos tisztázása, és azoknak minden meghatározás alkalmával történő szigorú betartása annál is lényegesebb, mivel a Bertrand-módszer nem egyszerű, stöchiometrikus összefüggések alapján ad eredményt. Ilyen problematikus tény a mosó desztillált víz hőmérséklete, a csapadék oldásánál használt Bertrand III. oldat hőmérséklete, a titrálás hőmérséklete stb. A permanganometriás meghatározások általában forrón történnek, ezért sokszor előfordul, hogy a titrálásra kerülő oldatokat előzetesen forrásig hevítik.

Elsősorban ez utóbbi tényből indultunk ki vizsgálatainknál. Azt tapasztaltuk, hogy a forró titrálás esetén az átcsapás elhúzódik és annak pontossága csupán $0,2$ ml. Amennyiben a titrálást hidegen végezzük, az átcsapás éles, pontossága 1 , esetleg 2 csepp. A hideg és forró titrálás közti különbség általában $0,4-1,3$ ml-neg adódott, ami kb. $1-4$ mg inverteukor különbségnek felel meg. Ez a hígításoktól függően a végeredményben különböző eltolódásokat okoz, borban átlagosan a $20-80$ g/l inverteukor, sűrített mustban pedig $2-4$ súly % különbséget okozhat.

A vizsgálatok jelenleg is folyamatban vannak. Feltétlenül szükséges a kérdéses körülmények tisztázása, megfelelő modell-oldatok felhasználásával is. Továbbá meg kell vizsgálni a bázisos ólomacetáttal történt lecsapás után a felesleg eltávolítására hozzáadott Na_2SO_4 , ill. Na_2HBO_4 -oldat utáni feltétlenül szükséges várakozási időt, ami a vizsgálatok időtartamát nagymértékben befolyásolja.

A vöröshibridek kimutatása papírkromatográfiai módszerrel

A belföldi igények kielégítésére, valamint a külföldi borfelvevő piacunk megőrzése érdekében mindinkább szükségessé vált, a direkttermő szőlő, illetve azok hibridjeiből származó boroknak a forgalomból való kirekesztése.

Ezeknek a boroknak a jelenlétét eddig csupán érzékszervi vizsgálat útján bíráltuk el. A szubjektív döntés elkerülése végett papírkromatográfiai vizsgálati módszereket tanulmányoztunk.

Számos vizsgálatot végeztünk a következő módszerekkel:

1. *M. Marichal*.
2. Javított *M. Marichal*-módszer.
3. *J. Ribereau Gayon* és *P. Ribereau Gayon* egyszerűsített módszerével.
4. *P. Ribereau Gayon* kétdimenziós módszerével.
5. Durvább meghatározásra a boroknak kémcsővel való vizsgálata UV fényenél.
6. Az összehasonlító vizsgálatok alapján tapasztalt, egyszerűsített intézeti módszer.

A vizsgálatok során az alábbi kidolgozott módszer bizonyult számunkra a legalkalmasabbnak.

A vizsgálatnál használt papír: Schleicher et Schüll 2043/b. A papír mérete: szélessége a minták számától függ, magassága legalább 18—20 cm.

A minták elhelyezése egymástól legalább 2 cm távolságra. Anyagfelvitel: kapilláris cső segítségével történik.

Az anyag felviteli formája vonalas.

A felvitt anyag mennyisége a bor színének intenzitásától függ.

A futtatásnál a felszálló papírkromatográfiai módszer bizonyult alkalmasabbnak. A futtatásnál alkalmazott oldószer foszfát-puffer (1,81 pH), mely a legérzékenyebb és megadja a szükséges pontosságú eredményt.

Futtatási idő 1 óra. Összegezve a vizsgálatok eredményét, e módszerek segítségével analitikai biztonsággal lehetséges az európai szőlőkből származó vörösborokat a vörös hibridboroktól megkülönböztetni.

Borok korának meghatározása mikrobiológiai módszerrel

Az intézet mikológiai osztályának egyik feladatkörébe tartozik a Pénzügyórrség által beküldött ó-, új- és keverék-boroknál a borok korának, ill. annak ó- vagy újbor voltának a meghatározása.

Korábban ennek megállapítása Szakbizottság által végrehajtott organoleptikus vizsgálattal történt. Ezek a vizsgálatok azonban nem mindig bizonyultak a legmegfelelőbbeknek és vitás eredményeket adtak.

A legújabban a borok korát analitikai, organoleptikus és mikrobiológiai módszerrel határozzuk meg, minőségi mikroszkópi képpel és élőcsíra-számmal. Az élőcsíra-számhoz lemezőntéseket készítettünk, a lemezőntéseknél alkalmazott táptalaj — mustos agar — pH 5,2—5,5 között. A bormintákból a lemezőntést különböző hígításban (10, 100 és 1000 l-es hígításban) és párhuzamosan vizsgálatokkal végeztük. A lemezőntéseket 25—28 °C-os termosztatba helyeztük; 3 nap elteltével az élő csírák a lemezőntésről leszámolhatóak voltak.

Az eddigi vizsgálatok tapasztalatai alapján a következőket állapítottuk meg:

1. az óborok élőcsíra-száma kb. 1000—1500, ritkán azonfelül is lehet;
2. ha a minta főtömege óbor, az élő csírák száma variál kb. 2000-től 10 000-ig;

3. ha a minta keveréke kb. felearányú, akkor az élő csírák száma hozzávetőlegesen 10 000—70 000 között mozog;

4. ha a minta főtömege újbor, az élő csírák száma 80 000-től 300 000-re emelkedhet;

5. az újbor élőcsíra-száma a bor korától függően 4—500 000-től több millióra vehető.

A fent megadott élőcsíra-számok az ezévi vizsgálatok során nyert tapasztalatok alapján még csak hozzávetőleges számok.

A bor korának meghatározására élőcsíraszám alapján számos kísérletet tervezünk; a jövőben figyelemmel kísérjük, azonos időközönként vizsgálva, különböző borokat, szem előtt tartva azokat a külső és belső tényezőket, melyek a bor biológiai fejlődését, befolyásolhatják: különböző hőmérsékletű tárolóhelyiségek, különböző fajélesztők, különböző kezelésben részesített borok viselkedése, fejtések száma, a must vagy bor cukortartalma, mely serkentőleg hat az élesztők fejlődésére, vagy az alkoholtartalom, mely gátlólag hat az élesztők fejlődésére, ill. azok szaporodására stb.

A fenti módszerek bevezetésével a hibahatár lényegesen csökkent, tehát e módszer alkalmasnak bizonyult arra, hogy a borok korát mikológiai módszerrel határozzuk meg és a további megfigyelésekkel, illetve vizsgálatokkal fejlesszük tovább a fokozott pontosság eredménye érdekében, hogy egy reális értéket kapjunk.

A borok korának összcsíraszám alapján történő elbírálási lehetőségét azzal is kívánjuk biztosítani, hogy a minták beküldésének idejét az Országos Borvizsgáló Szakértő Bizottság határozata értelmében következőképpen határoztuk meg: *vizsgálati minta* beküldési határideje a szüretet követő év január hó 5., az *ellenminta* beküldési határideje szüretet követő év január hó 31.

A fenti új vizsgálati módszerek a gyakorlati borászati analitikával foglalkozó laboratóriumok munkájánál hasznos segítséget tudnak nyújtani.