

## Borok szorbinsav tartalmának meghatározása

EÖRDÖG LÁSZLÓ, JESZENSZKY ZOLTÁNNÉ, MATTYASOVSKY PÁL és

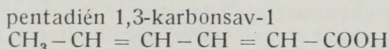
SZALKA PÉTER

Országos Borminősítő Intézet, Budapest

Érkezett: 1975. december 10.

A szorbinsav, illetőleg kálium és nátrium sója fungisztikus hatású. Az élelmiszeriparban tartósítószerként kiterjedten alkalmazzák (1, 2, 3). Borászati alkalmazása csak később terjedt el (4, 5, 6).

Mivel a szorbinsav vízóldékonysága rossz, ezért elsősorban káliumsóját használják. A szorbinsav racionális neve:



A káliumszorbát egyik meghatározásánál az elválasztás vízgőzdesztillációval, majd éteres, vagy etilén-kloridos kizárással, a mérés pedig bromatometriás úton történt (7).

Ezenkívül elvégezhető a mérés tiobarbitursav reagenssel spektrofotometriás úton (8, 9).

Szerves oldószerrel történt extrahálás után fél-mennyiségi meghatározás történhet papír, ill. vékonyréteg kromatográfiai módszerrel (10, 11, 12).

Intézetünkben a szorbinsav mennyiségét az alábbi módszerekkel határozzuk meg:

- Spektrofotometriás úton látható tartományban MSZ 14430-74.  
(A módszer ismertetésére nem térünk ki, mert az az említett szabványban megtalálható.)
- Spektrofotometriás úton U. V. tartományban  
(10-300 mg/l szorbinsav tartalom esetén)
- Rebelein gyorsmódszerével  
(2-10 mg/l szorbinsav tartalom esetén)
- Gázkromatográfiai módszerrel  
(0,5-20 mg/l szorbinsav tartalom esetén)

### Spektrofotometriás mérés U. V. tartományban

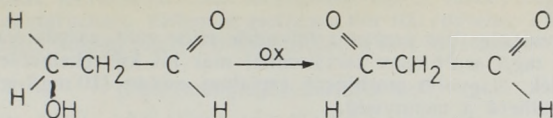
A szorbinsav elválasztása a következő képpen történik:

20,0 cm<sup>3</sup> bort 1-2 g borkősav hozzáadásával vízgőzdesztillálunk és 250 cm<sup>3</sup> desztillátumot fogunk fel.

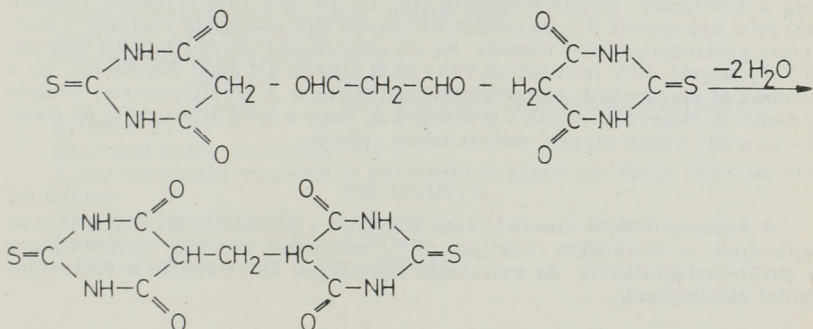
Az abszorpció méréséhez a következő oldatok szükségesek:

„A” oldat:





Végül két molekula tiobarbitursav reagál egy molekula dialdehiddel, ez eredményezi a piros színt.



E szorbinsav vizsgálatnál a *Rebelein*-féle gyors módszernél használt desztillációs készüléket alkalmazzuk.

Egy vizsgálat időtartama kb. 10 perc.

#### *Oldatok:*

2 n kénsav

Reagens oldat: a *Rebelein*-féle stabilizált oldat helyett – melynek összetétele nem ismeretes – intézetünkben kikísérletezett reagens összetétele a következő:

0,13 g kálium-kromátot és 0,20 g tiobarbitursavat desztillált vízben feloldunk, 20 cm<sup>3</sup> 0,1 n nátrium-hidroxidot adunk hozzá és desztillált vízzel 100 cm<sup>3</sup>-re egészítjük ki. Az oldat szobahőmérsékleten 4 hétig tartható el.

#### *Eljárás:*

A zavaró anyagok eltávolítása: 100 cm<sup>3</sup>-es Erlenmeyer lombikba 25,0 cm<sup>3</sup> bort, 5 cm<sup>3</sup> 2 n kénsavat, 1–2 csepp szilikon olajat és néhány forrkövet adunk, majd 4 percig desztilláljuk. A kapott desztillátumot – mely a zavaró anyagokat tartalmazza – kiöntjük.

#### *Meghatározás:*

10 cm<sup>3</sup> reagens oldatot és néhány forrkövet tartalmazó 100 cm<sup>3</sup>-es Erlenmeyer lombikot használunk szedőnek úgy, hogy a hűtőcső vége a lombikban levő folyadékba érjen. 3 percig folytatjuk a desztillálást, majd a szedőt az elektromos melegítőre helyezzük. 5 cm<sup>3</sup> 2 n kénsavat adunk hozzá és egy percig melegítjük.



## Kiértékelés:

Szorbinsavmentes bor esetén a folyadék színe zöld, sárgás vagy szürkés árnyalattal. 2 mg/l szorbinsav tartalomnál már jól kiértékelhetően rózsaszín színű a folyadék. Nagyobb szorbinsav tartalom esetén (10 mg/l-ig) megfelelő hígítással becsülhető a mennyiség.

## Gázkromatográfiai módszer

A kis mennyiségű szorbinsav pontos mennyiségi meghatározására gázkromatográfiai mérés alkalmazunk. Több gázkromatográfiai közlemény jelent meg a szorbinsav meghatározásáról (14, 15, 16, 17). Intézetünkben *Bandion* (18) által kidolgozott  $\text{BF}_3$ -metanolos észterezési eljárás alapján végezzük a szorbinsav gázkromatográfiai mérését. Az ott alkalmazott töltetes kapillár kolonna (SCOT) helyett, 10% nedvesítésű PEG 20 M töltetes kolonnát használunk. Ez a kolonna jó elválasztást ad szorbinsav metilészterre a bor természetes komponenseitől és eleget tesz annak a feltételnek is, hogy a belső standardtól jól elváljon és a két anyag egymás mellett adjon csúcst.

### A módszer elve:

A káliumszorbátot éter-petroléter elegyével extraháljuk. Az extrahátumot bepároljuk, a maradékot szárítjuk.  $\text{BF}_3$  metanolos oldattal észterifikálunk és gázkromatografálunk. Az extrakciós veszteségek miatt kaprilsav belső standardot alkalmazunk.

### Gázkromatográfiai mérés:

#### Oldatok:

Kaprilsav törzsoldat készítése: 50 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba pipetázunk 25 cm<sup>3</sup> metanol, megmérjük a lombik súlyát, majd hozzáadunk 0,5 cm<sup>3</sup> kaprilsavat és újra megmérjük, majd a lombikot jelig töltjük metanollal. A súlykülönbség (n) a kaprilsav mennyisége (g)-ban. E törzsoldat +4 C°-on két hétig eltartható.

Kaprilsav standard oldat: 1 g/l kaprilsav; az oldat készítése: a kaprilsav törzsoldatból 5/n cm<sup>3</sup>-nyi mennyiséget mérünk 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba, majd metanollal jelig töltjük. (n a fenti kaprilsav súlya g-ban).

Szorbinsav standard oldat: 10 mg szorbinsavat, vagy 13,4 mg káliumszorbátot kis mennyiségű desztillált vízzel 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba mosunk, hozzáadunk 1 cm<sup>3</sup> 20%-os KOH-t. 50 cm<sup>3</sup> desztillált vízzel hígítjuk, majd 2,0 cm<sup>3</sup> 50%-os  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -el megsavanyítjuk, lehűtjük, desztillált vízzel jelig töltjük. (+4 C°-on sötétben az oldat 1 hétig eltartható).

### Minta előkészítése:

100 cm<sup>3</sup> bort rázóütölsérbe mérünk, hozzáadunk 2 cm<sup>3</sup> 50 %-os  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -et és 1,0 cm<sup>3</sup> kaprilsav standard oldatot, majd 100 cm<sup>3</sup> éter-petroléter (f. p. 40°–60 °C) 4:1 eleggyel 1 perc erősen rázzuk. A vizes fázist elöntjük, az oldószeres fázist 100 cm<sup>3</sup> desztillált víz + 5 cm<sup>3</sup> 50%-os  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -el mossuk. Az extrahátumot 30 C°-on vákuumban desztilláljuk, a maradékot az oldószer nyomokat nitrogén vagy levegő áramban szoba hőmérsékleten eltávolítjuk. A légszáraz extraktot 1 óra vákuum exikkátorba tesszük és szárítjuk. Ezután az anyagot 2,5 cm<sup>3</sup>  $\text{BF}_3$  metanolos reagensben feloldjuk és észterifikáló edénybe tesszük. Az észter képződés 50 C°-os vízfürdőben 30 perc alatt végbemegy. A reakcióidő letelte után az oldatot lehűtjük, majd 0,5 cm<sup>3</sup> desztillált vizet adunk hozzá fecskendővel, és 15 percig állni hagyjuk. Ezt az oldatot gázkromatografáljuk. Abban az esetben,

ha a szorbinsav metilészter csúcs megjelenik, annak mennyisége párhuzamos méréssel meghatározható. Ebben az esetben a bor 100 cm<sup>3</sup>-éhez 2 cm<sup>3</sup> szorbinsav standard oldatot adunk, majd a továbbiakban a fent leírt módon járunk el.

### Gázkromatográfiai körülmények:

Készülék: JEOL, JGC 1100 kettős F.I.D. detektorral

Rekorder: JEOL JR-252 A

Vivőgáz: nagy tisztaságú N<sub>2</sub> 40 cm<sup>3</sup>/min.

Levegő: 2,0 kg/cm<sup>2</sup>

H<sub>2</sub>: 0,6 kg/cm<sup>2</sup>

Kolonna: 3 mm Ø 2 m hosszú üveg

Hordozó: Chromosorb W. „HP” 80/100 mesh

Nedvesítő: 10% PEG 20 M

Hőmérséklet: elpárologtató 220 C°

detektor 225 C°

kolonna 60 C°-tól 130 C°-ig 3 C°/min. programozott

Erősítés: 2 × 10<sup>-10</sup>

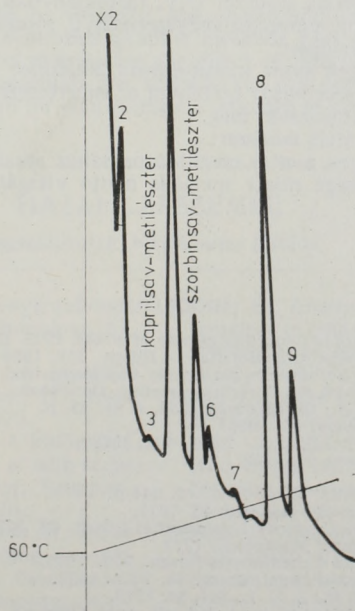
Beadagolt minta mennyiség: 2,0 μl

A fent leírt gázkromatográfiai körülmények között az alábbi retenciós időket kaptuk:

Kaprilsav-metilészter Rt = 7,09 min

Szorbinsav-metilészter Rt = 8,68 min.

A kromatogramot az 1. ábra mutatja.



1. ábra



A meghatározás maximum 20 mg/l szorbinsav tartalomig használható.

Szorbinsav metilészter relatív csúcsmagasság ( $H_1$ ): standard hozzáadása nélkül:

Szorbinsav metilészter relatív csúcsmagasság ( $H_2$ ): standard hozzáadása után:

$$H_1 = \frac{\text{Szorbinsav-metilészter csúcsmagasság mm-ben}}{\text{Kaprilsav-metilészter csúcsmagasság mm-ben}}$$

$$H_2 = \frac{\text{Szorbinsav-metilészter csúcsmagasság standard hozzáadása után mm-ben}}{\text{Kaprilsav metilészter csúcsmagasság mm-ben}}$$

$$\text{Szorbinsav metilészter mg/l} = \frac{2 \times H_1}{H_2 - H_1}$$

(A  $2 \times$  szorzó a 2 mg/l szorbinsav tartalom hozzáadása miatt kerül a képletbe.)

Irodalmi hivatkozást (16) találtunk arra, hogy a meghatározáshoz belső standardként felhasználható pelargon és kaprilsav is. Ezek az anyagok ugyan olyan jól extrahálhatók és észterezhetők, mint a kaprilsav. Alkalmazásuk esetén azonban az  $R_t$  értékek növekedésével kell számolnunk.

Az ismertetett módszerek előnyei a következők:

- Spektrofotometriás módszer U.V. tartományban:  
Gyors, egyszerű, minimális vegyszerigényű, sorozat vizsgálatra alkalmas.
- Rebelein-féle módszer:  
Kis mennyiségek gyors kimutatására alkalmas, valamint annak eldöntésére, hogy a szorbinsav tartalmat az ismertetett kvantitatív módszerek melyikével határozzuk meg.
- Gázkromatográfias módszer:  
Kis mennyiségek pontos meghatározásához alkalmas. Eszköz, anyag és munkaiigényessége miatt speciális döntő vizsgálatokra alkalmas.

#### IRODALOM

- (1) Gooding C. M.: Process of inhibiting growth of molds. 1945. U. S. Patent 2 379 294.
- (2) Schelhorn, M.: Deutsche Lebensmittel - Rdsch. 257, 1954.
- (3) Vogel, J. - Prahl, L.: Sorbinsäure als Konservierungsmitel 1969. Leipzig.
- (4) Schärderl, H.: Bericht-Lehr Forschungsanstalt. Geisenheim 1955 - 56.
- (5) Monori S., Hunyadi S.: Borgazdaság 1959. 4. sz. 83. p.
- (6) Asvány A.: Borgazdaság, 93, 1959.
- (7) Spányó P., Sándor A.: Z. U. L. ? 108, 402, 1958.
- (8) Eődög L.: Borgazdaság 71, 1968.
- (9) MSZ 14430 - 74.
- (10) Sudarió, E.: Riv. Vitic. Enol 1957. 10. 341 p.
- (11) Petróne, Turza Mária: Borgazdaság 46, 1971.
- (12) Junge und Spadinger: Deutsche Lebensmittel-Rdsch. 66, 323, 1970.
- (13) Roux, E.: These doctorat Montpellier 1972.
- (14) Groebel, W.: Deutsche Lebensmittel-Rdsch. 209. 1965.
- (15) Groveland, A.: J. Ass. of. Anal. Chem. 55. 1024. 1972.
- (16) Raufft, K. und Gersil. R.: Z. U. L. 151, 84, 1973.
- (17) Le Croix, D. E. amd Wong N. P.: J. Ass. off. Anal. Chem 54, 361. 1971.
- (18) Bandion, F.: Mitt. Rebe und Wein, Obst u. Früchtenverw. 24, 259, 1974.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ВИНАХ

*Л. Ердег З; Есенски П. Маттяшовски и П. Салка*

Авторы испытали применяемые в виноделии спектрофотометрические, Ребелен-новый и газохроматографические методы. Ознакомляют область их применения, способ устранения посторонних (мешающих) веществ. Последние два метода являются подходящим для определения следов а также для определения состояния свободного от сорбита.

## BESTIMMUNG DES SORBINSÄURE GEHALTES VON WEINEN

*J. Eördög, Z. Jeszenszky, P. Mattyasovszky und P. Szalka*

Die in der Weinkunde üblichen spektrophotometrischen Methoden, die Rebeleinsche Methode und die gaschromatographischen Methoden wurden untersucht bzw. ihre Anwendungsgebiete und verschiedene Methoden zur Beseitigung der störenden Substanzen beschrieben. Die letztgenannten zwei Methoden sind zur Bestimmung von Sorbinsäurespuren sowie auch zur uFeststellung der Abwesenheit von Sorbinsäure gleichfalls geeignet.

## DETERMINATION OF THE SORBIC ACID CONTENT IN WINES

*L. Eördög, Z. Jeszenszky, P. Mattyasovszky and P. Szalka*

Of the methods used in oenology, the spectrophotometric method, the Rebelein method and gaschromatographic methods were studied, their fields of application and ways of eliminating the effect of interfering substances are described. Both latter methods are suitable for the determination of trace amounts of sorbic acid and for confirming the absence of sorbic acid.

---

## HAZAI LAPSZEMLE

Összeállította: Kaeskovics Miklós

---

*Klein J.*: 1975. évi kenyérgabona-termés minőségéről. Gabonaipar, 23, 5, 1976.

*Szigeti G.*: A takarmányok gombák okozta minőségromlása. II. rész. Gabonaipar, 23, 25, 1976.

*Kurucz É. és Lukács P.*: A különböző olajmagfajták olajának el nem szapánosítható része. Olaj, Szappan, Kozmetika, 25, 1, 1976.

*Hussein, M. A. és Noamann M. A.*: A fehér és vörös szezám-mag és -olaj jellemző sajátosságainak összehasonlító vizsgálata. Olaj, Szappan, Kozmetika, 25, 5, 1976.

*Kurucz É., Erdélyi A. és Biacs P.*: A szójalecitin poláris lipidjei II. Glükolipidek. Olaj, Szappan, Kozmetika, 25, 9, 1976.

*Varga J., Órsi F., Hegedüs J., Virág I. és Lászlóty R.*: Az automatikus analízis az élelmiszervizsgálatokban. (II.) Egyes tejkomponensek meghatározása automatikus elemzővel. Élelmezési Ipar, 30, 97, 1976.

*Molnár P., Ducsay T. és Szabó E.*: Új pontozásos bírálati módszer alkoholmentes szénsavas üdítőitalok érzékszervi minősítéséhez. Élelmezési Ipar, 30, 121, 1976.