

师守国,王滋浩,李善菊.中条山 3 种复叶葡萄白兰地的加工及品质分析[J].江苏农业科学,2018,46(19):223-227.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2018.19.059

中条山 3 种复叶葡萄白兰地的加工及品质分析

师守国,王滋浩,李善菊

(运城学院生命科学系,山西运城 044000)

摘要:以中条山的 3 种野生复叶葡萄酒为试验材料,进行复叶葡萄白兰地的加工工艺研究,以期为中条山复叶葡萄资源的积极开发和其他野生资源的利用提供一条良好途径。通过不同蒸馏工艺的对比,电热套加热蒸馏对于酒的香味有很大提升。通过气质联用仪测定 3 种酒样香气成分,结果表明平陆县野生复叶葡萄白兰地有 32 种香气成分,垣曲县野生复叶葡萄白兰地有 32 种香气成分,绛县野生复叶葡萄白兰地有 28 种香气成分。通过对酒体进行感官指标评定,发现平陆县、垣曲县、绛县 3 种复叶葡萄白兰地中,垣曲感官综合评分最高,为 82 分。

关键词:野生复叶葡萄酒;白兰地;香气成分;2 次蒸馏;感官评价

中图分类号: TS262.6 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2018)19-0223-04

中条山位于山西省西南部,其土壤肥沃、气候多样、植物物种丰富,是山西省最大的植物资源宝库,是葡萄属植物的重要起源中心之一,拥有丰富的野生葡萄资源,但目前对这些资源的评价利用报道较少。复叶葡萄(*Vitis piasezkii* Maxim.)是葡萄科葡萄属植物的一个种,具有重要的药用和食用价值,在中条山上分布广泛。复叶葡萄较普通葡萄偏小,呈圆球形,皮呈黑紫色,其味甘而酸,主要分布于中条山、秦岭、太行山等山地。复叶葡萄营养丰富,含有矿物质、维生素、氨基酸以及酚类物质等多种营养物质。传统的葡萄酒保质期不长,在运送过程经常会出现变质的状况,为了防止变质问题发生,欧洲人借鉴我国蒸馏白酒的蒸馏工艺,把葡萄酒蒸馏成白酒,乙醇度的提高也意味着酒的保质期延长,在输送中也不用担心变质的状况发生。乙醇度高的酒,直接点火就可以燃烧,这也就是所谓的可燃烧的酒,可燃烧的酒荷兰语即白兰地。白兰地之所以盛行,还因为其具有多种功效,白兰地对胃肠消化有很大帮助,增强抵抗力,还含有很多防治人体疾病的功能性物质,适量地饮用白兰地还有利于血管扩张,提高心血管的强度,因此心血管病人可以适量饮用白兰地。

随着现代科技的发展,气相色谱(gas chromatography,简称 GC)、气相色谱-质谱联用仪(gas chromatography-mass spectrometry,简称 GC-MS)等分析技术广泛应用于香气物质成分的分析 and 种类识别,GC-MS 分析检测技术已成为香气成分检测最重要的分析技术。GC-MS 在酒的检测中应用越来越多,酒中的香气成分也被更多人看重,近几年有很多研究报道,用 GC-MS 技术可以更加便捷和快速地检测出较难检

测的物质。宋兴使用气质联用仪检测 5 种不同白兰地中的香气成分^[1];姜忠军用该法测定了 3 种不同品种葡萄制成的白兰地,以醇类、醛类、酯类、酸类为主要香源^[2]。

本研究以山西省运城市平陆县、垣曲县、绛县 3 种中条山野生复叶葡萄酒为试验材料,进行复叶葡萄白兰地的加工工艺研究,以期为中条山复叶葡萄资源的积极开发和其他野生资源的利用提供一条良好的途径,对该地区乃至全国野生葡萄及其制品的发展具有重要意义。主要研究原料酒的蒸馏工艺选择,3 种复叶葡萄白兰地乙醇度、总酯、甲醇含量、总糖含量、总酸含量、pH 值的测定及运用 GC-MS 对 3 种不同复叶葡萄白兰地的香气成分进行检测。在 GB/T 11856—2008《白兰地》^[3]的基础上,重点分析并确定白兰地中的主要香气成分,并制定复叶葡萄白兰地产品质量理化标准及复叶葡萄白兰地的感官评定。

1 材料与方法

1.1 试验材料

试验所用葡萄酒为山西省运城市平陆县采集的复叶葡萄所酿的复叶葡萄酒(笔者所在实验室贮备)。

1.2 试验方法

1.2.1 复叶葡萄白兰地 2 次蒸馏工艺流程工艺流程如图 1 所示。

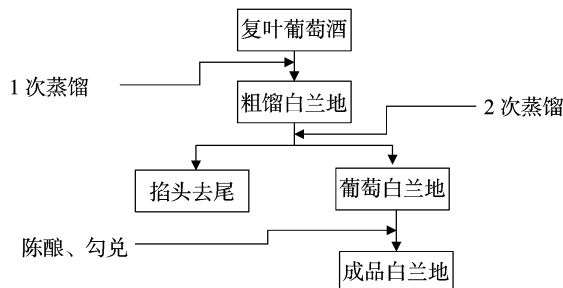


图1 复叶葡萄白兰地 2 次蒸馏工艺流程

1.2.2 乙醇度、总酸含量、总酯含量、甲醇含量、总糖含量、pH 值测定 用乙醇计测定乙醇度;总酸含量测定采用酸碱滴

收稿日期:2017-06-02

基金项目:山西省“1331 工程”重点学科建设计划优势特色学科建设项目(编号:098-091704);山西省重点学科研究项目(编号:XK-2015001);山西省高等学校“131”领军人才工程(编号:XK-2015022)。

作者简介:师守国(1973—),男,山西运城人,博士,副教授,从事园艺植物遗传育种。E-mail:shishouguo2009@163.com。

通信作者:李善菊,女,硕士,讲师,主要从事食品营养与分析。E-mail:Lishanju_0@163.com。

定法^[4];总酯含量的测定采用史静霞的测定方法^[5];甲醇含量的测定采用黄晓钰等的测定方法^[6];采用直接滴定法测定总糖含量^[6];用便携式酸度计测定 pH 值。

1.2.3 白兰地香气成分的测定 准确量取 30 mL 复叶葡萄白兰地酒样于分液漏斗中,再于分液漏斗中加入 30 mL 萃取溶剂二氯甲烷,充分振荡,振荡之后静置,待样液明显分层,由于二氯甲烷的密度比水大,在水相的下层,因此直接分离并收集下层的有机相;再往剩余分液漏斗的水层中加入 20 mL 二氯甲烷,再次充分振荡后静置,待样液明显分层后,分离并收集有机相;合并 2 次萃取的有机相。由于水和二氯甲烷存在微溶乳化作用,可加入适量的无水硫酸钠进行破乳,脱水干燥,放入冰箱延长静置时间。将萃取出的有机相于旋转蒸发仪中浓缩,调整温度为 35 ℃,将有机相浓缩至 1~2 mL,用二氯甲烷洗出,用 0.22 μm 针筒过滤膜过滤,放于玻璃小瓶待用。色谱条件参照文献^[7]。

1.2.4 感官评定标准 白兰地的感官评定标准参考文献^[3],具体见表 1。

表 1 白兰地的感官评定标准	
项目名称	感官评定标准
色泽	无色
澄清度	澄清透明,没有悬浮物
香气	具有愉快的葡萄芳香,香气和谐、浓厚
口感	醇和、丰润、绵软甘甜、纯正、无异味
典型性	具有葡萄白兰地明显的风格

表 3 加热方式对白兰地理化指标及品质的影响						
加热方式	1 次蒸馏			2 次蒸馏		
	乙醇度(%)	香气	感官评定	乙醇度(%)	香气	感官评定
水浴加热	14	香气淡	浑浊不透明,有杂质	28	香气较足	清澈透明,无杂质
电热套加热	18	香气较足	清澈透明,无杂质	35	香气足	清澈透明,无杂质

0.290 4 g/L,均低于国标值的临界值,pH 值均高于 4,造成这种差异的原因:一是所用原料不同;二是酒样为新蒸馏出的酒,还未于橡木桶里陈酿及对酒液做一定的勾兑和调配。

表 4 各地野生复叶葡萄白兰地的理化性质结果						
产地	乙醇度(%)	总酸含量(g/L)	总酯含量(g/L)	总糖含量(g/L)	甲醇含量(g/L)	pH 值
平陆县	32	0.237 6	0.308 9	1.870 0	0.616 0	4.10
垣曲县	38	0.225 7	0.327 3	2.150 0	0.701 0	4.16
绛县县	35	0.207 9	0.290 4	2.380 0	0.689 0	4.18

2.3 野生复叶葡萄白兰地香气成分测定分析

2.3.1 平陆县野生复叶葡萄白兰地香气成分测定 由图 2 和表 5 可知,由平陆县野生复叶葡萄白兰地的香气成分分析表得出 32 种香气成分中,去除杂质,平陆白兰地香气成分占 97.828 4%,其中 1-戊醇占 50.130 3%,苯乙醇占 18.517 1%,丁二酸二乙酯占 6.438 1%,异丁醇占 3.444 9%,甲基环戊烷占 1.608 8%,与其他香气成分相比这些物质的含量较高。通过数据分析,平陆县野生复叶葡萄白兰地的 32 种香气成分中有 3 种醇类,占全部组分的 72.092 3%,3 种酸,占全部组分的 1.469 8%,烷类占全部组分的 13.544 8%,1 种醛类占全部组分 1.031 6%,2 种酯占全部组分 7.626 1%,其他占 2.063 8%。

2.3.2 垣曲县野生复叶葡萄白兰地香气成分测定 由图 3

1.2.5 白兰地理化标准 白兰地的理化标准参考文献^[3],具体见表 2。

表 2 白兰地产品产业理化标准	
项目	数值范围
乙醇度(%)	≥30
总酸含量(g/L)	≤0.6
总酯含量(g/L)	≤0.8
甲醇含量(g/L)	≤2
总糖含量(g/L)	2~3
pH 值	3~4

2 结果与分析

2.1 不同加热蒸馏方式对复叶葡萄白兰地的影响

由表 3 可知,无论 1 次蒸馏还是 2 次蒸馏,水浴加热所得乙醇度、香气均低于电热套加热的,且水浴加热蒸馏时间缓慢,不利于生产。虽然水浴加热下甲醇含量相对会较低,但二者相差不大。根据试验结果综合考虑,选择电热套加热蒸馏效果更好,以使乙醇度和香气物质更多的保留,并在一定程度上缩短生产周期。

2.2 3 种野生复叶葡萄白兰地理化结果分析

由表 4 可知,本研究中平陆县、垣曲县、绛县 3 种野生复叶葡萄白兰地甲醇的含量均在标准区间之内,符合国家标准;3 种复叶葡萄白兰地酒中的总酸含量分别为 0.237 6、0.225 7、0.207 9 g/L,总酯含量分别为 0.308 9、0.327 3、

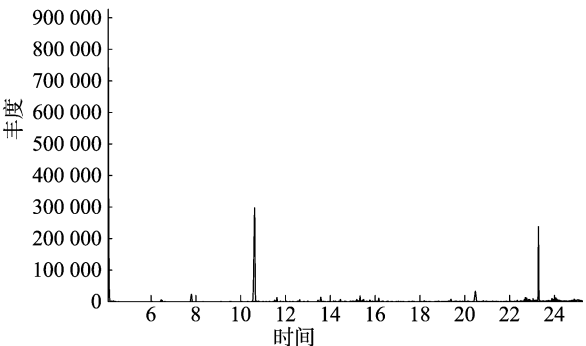


图2 平陆县野生复叶葡萄白兰地总离子色谱

和表 6 可知,由垣曲县野生复叶葡萄白兰地有 32 种香气成分,垣曲复叶葡萄白兰地中的香气成分占 99.163 7%,其中 3,3-二甲基-1,2-环氧丁烷占 65.721 3%,苯乙醇占 8.983 8%,丁二酸二乙酯占 5.460 4%,异丁醇占 5.081 8%,正己醇占 2.390 2%,氟化烯丙基占 1.929 3%,与其他香气成分相比这些香气成分含量较高。通过数据分析,垣曲县野生复叶葡萄白兰地 32 种香气成分中 4 种醇类占 16.626 5%,17 种烷类占 71.084 2%,1 种醛类占 1.031 6%,2 种酸类占 0.862 7%,1 种酯类占 5.460 4%,其他占 4.098 3%。

2.3.3 绛县野生复叶葡萄白兰地香气成分测定 由图 4 和表 7 可知,由绛县野生复叶葡萄白兰地有 28 种香气成分,绛

表 5 平陆县野生复叶葡萄白兰地香气成分

序号	保留时间 (min)	香气成分名称	分子式	相对含量 (%)
1	6.456 5	氟化烯丙基	C ₃ H ₅ F	0.896 1
2	7.801 9	异丁醇	C ₄ H ₁₀ O	3.444 9
3	10.618 3	1-戊醇	C ₅ H ₁₂ O	50.130 3
4	11.516 8	2,4,6-3 甲基辛烷	C ₁₁ H ₂₄	0.504 1
5	11.614 5	2,6,11-3 甲基十二烷	C ₁₅ H ₃₂	1.123 1
6	12.634 1	4,7-二甲基十一烷	C ₁₃ H ₂₈	0.498 8
7	13.448 8	N-甲酰甘氨酸	C ₃ H ₅ NO ₃	0.416 5
8	13.569 8	甲基环戊烷	C ₆ H ₁₂	1.608 8
9	14.454 3	十一烷	C ₁₁ H ₂₄	0.642 9
10	15.175 9	2-甲基癸烷	C ₁₁ H ₂₄	0.784 5
11	15.259 7	2,3,4-三甲基正己烷	C ₉ H ₂₀	0.284 6
12	15.324 8	十六烷	C ₁₆ H ₃₄	1.474 7
13	15.436 6	2,4-二甲基十一烷	C ₁₃ H ₂₈	0.413 9
14	15.478 5	十四烷	C ₁₄ H ₃₀	0.580 9
15	15.762 4	三氟丙烯	C ₃ H ₃ F ₃	0.608 6
16	16.158 0	糠醛	C ₅ H ₄ O ₂	1.031 6
17	19.384 3	2,9-二甲基十一烷	C ₁₃ H ₂₈	1.218 5
18	20.469 0	丁二酸二乙酯	C ₈ H ₁₄ O ₄	6.438 1
19	22.335 7	2,4,6-三甲基辛烷	C ₁₁ H ₂₄	0.362 9
20	22.656 9	10-羟基癸酸	C ₁₀ H ₂₀ O ₃	0.480 0
21	22.698 8	2,6,20-三甲基十五烷	C ₁₈ H ₃₈	0.909 7
22	22.754 7	丁酸乙酯	C ₆ H ₁₂ O ₂	1.188 0
23	22.852 5	十九烷	C ₁₉ H ₄₀	0.569 4
24	22.899 0	2,3,7-三甲基癸烷	C ₁₃ H ₂₈	0.409 6
25	23.043 3	十六烷	C ₁₆ H ₃₄	0.600 7
26	23.285 4	苯乙醇	C ₈ H ₁₀ O	18.517 1
27	23.881 3	十七烷	C ₁₇ H ₃₆	0.518 9
28	23.923 2	2,6,11-十二烷	C ₁₅ H ₃₂	0.300 1
29	23.974 4	十七烷	C ₁₇ H ₃₆	0.376 6
30	24.062 8	辛酸	C ₈ H ₁₆ O ₂	0.573 3
31	24.109 4	二十一烷	C ₂₁ H ₄₄	0.362 1
32	24.882 2	十七胺	C ₁₇ H ₃₇ N	0.559 1

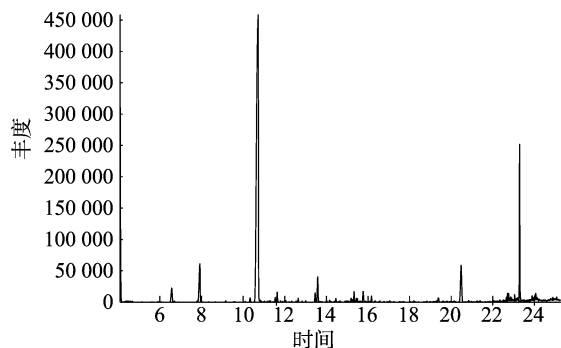


图 3 垣曲县野生复叶葡萄白兰地总离子色谱

县野生复叶葡萄白兰地中的香气成分占 98.909 1%, 其中 3, 3-二甲基-1,2-环氧丁烷占 70.951 4%, 苯乙醇野生复叶葡萄白兰地有 8.947 0%, 异丁醇占 5.531 5%, 丁二酸二乙酯占 4.671 1%, 环丙基丙烷占 1.279 4%, 氟化烯丙基占 1.022 5%, 与其他香气成分相比这些香气成分含量较高。通过表 7 的香气成分数据分析, 绛县野生复叶葡萄白兰地 28 种香气成分中 2 种醇类占 14.478 5%, 17 种烷类占 76.149 8%, 1 种醛类占 0.610 9%, 3 种酸类占 1.142 0%, 2 种酯类占

表 6 垣曲县野生复叶葡萄白兰地香气成分

序号	保留时间 (min)	香气成分名称	分子式	相对含量 (%)
1	6.568 2	氟化烯丙基	C ₃ H ₅ F	1.929 3
2	7.918 2	异丁醇	C ₄ H ₁₀ O	5.081 8
3	10.339	双戊烯	C ₁₀ H ₁₆	0.353 2
4	10.720 7	3,3-二甲基-1,2-环氧丁烷	C ₆ H ₁₂ O	65.721 3
5	10.823 1	(S)-3-甲基吡咯烷	C ₅ H ₁₁ N	0.169 2
6	11.54	2,4-二甲基庚烷	C ₉ H ₂₀	0.354 8
7	11.637 8	4,7-二甲基十一烷	C ₁₃ H ₂₈	0.699 6
8	12.648	5,7-二甲基十一烷	C ₁₃ H ₂₈	0.250 7
9	13.462 7	氯乙腈	C ₂ H ₂ ClN	0.800 5
10	13.583 7	正己醇	C ₆ H ₁₄ O	2.390 2
11	15.189 8	7-甲基十五烷	C ₁₆ H ₃₄	0.325 0
12	15.329 4	十七烷	C ₁₇ H ₃₆	0.691 7
13	15.441 2	2,4,6-三甲基辛烷	C ₁₁ H ₂₄	0.253 9
14	15.487 7	十三烷	C ₁₃ H ₂₈	0.250 0
15	15.771 7	糠醛	C ₅ H ₄ O ₂	1.031 6
16	16.167 4	二十七烷	C ₂₇ H ₅₆	0.431 0
17	19.374 9	三十一烷	C ₃₁ H ₆₄	0.526 4
18	20.473 5	丁二酸二乙酯	C ₈ H ₁₄ O ₄	5.460 4
19	20.832	3-乙基-3-甲基庚烷	C ₁₀ H ₂₂	0.137 2
20	22.656 9	噻唑烷	C ₃ H ₇ NS	0.265 4
21	22.698 8	十五烷	C ₁₅ H ₃₂	0.407 0
22	22.754 7	己酸	C ₆ H ₁₂ O ₂	0.546 9
23	22.857 1	十七烷	C ₁₇ H ₃₆	0.290 3
24	22.899	2-乙基-3-丙基-己醇	C ₁₁ H ₂₄ O	0.170 7
25	23.047 9	2,6,10-三甲基十五烷	C ₁₈ H ₃₈	0.324 8
26	23.285 4	苯乙醇	C ₈ H ₁₀ O	8.983 8
27	23.885 9	二十七烷	C ₁₇ H ₃₆	0.221 2
28	23.979	四十四烷	C ₄₄ H ₉₀	0.189 6
29	24.030 2	2,6,11-三甲基十二烷	C ₁₅ H ₃₂	0.241 9
30	24.058 1	辛酸	C ₈ H ₁₆ O ₂	0.315 8
31	24.882 1	十九烷	C ₁₉ H ₄₀	0.174 8
32	25.063 7	十七胺	C ₁₇ H ₃₇ N	0.173 7

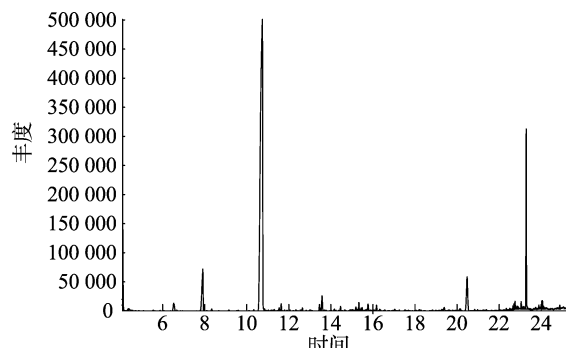


图 4 绛县野生复叶葡萄白兰地总离子色谱

4.850 5%, 其他占 1.677 4%。

2.3.4 3 种野生复叶葡萄白兰地香气成分分析 通过数据分析, 醇类在酒中香气成分占很大比例, 醇类物质是通过转氨和脱羧使氨基酸转变为挥发性化合物。乙醇水溶液有一定的刺激性辛辣味, 微甜, 在味觉上赋予酒体微甜的口感, 降低了酒的苦涩、酸味。苯乙醇、异丁醇属于高级醇, 在 3 种白兰地中都存在, 平陆县野生复叶葡萄白兰地中苯乙醇占 18.517 1%, 异丁醇占 3.444 9%; 垣曲县野生复叶葡萄白兰

表 7 绛县野生复叶葡萄白兰地香气成分

序号	保留时间 (min)	香气成分名称	分子式	相对含量 (%)
1	4.375 5	异硫氰酸丙酯	C ₄ H ₇ NS	0.179 4
2	6.521 6	氟化烯丙基	C ₃ H ₅ F	1.022 5
3	7.904 2	异丁醇	C ₄ H ₁₀ O	5.531 5
4	10.743 9	3,3-二甲基-1,2-环氧丁烷	C ₆ H ₁₂ O	70.951 4
5	11.637 7	3-甲基,5-丙基任烷	C ₁₃ H ₂₈	0.411 0
6	12.648	2,6,10-三甲基十二烷	C ₁₅ H ₃₂	0.166 4
7	13.462 6	硫代乙酰胺	C ₃ H ₅ NS	0.458 3
8	13.579	环丙基丙烷	C ₆ H ₁₂	1.279 4
9	14.458 9	十四烷	C ₁₄ H ₃₀	0.266 5
10	15.194 4	2-甲基癸烷	C ₁₁ H ₂₄	0.285 0
11	15.441 1	2,4,6-三甲基辛烷	C ₁₁ H ₂₄	0.176 5
12	15.487 7	3,3-二甲基己烷	C ₈ H ₁₈	0.179 6
13	15.771 6	糠醛	C ₅ H ₄ O ₂	0.610 9
14	16.167 3	2,6,10,15-四甲基十七烷	C ₂₁ H ₄₄	0.391 9
15	19.388 8	2,4,6-三甲基辛烷	C ₁₁ H ₂₄	0.342 7
16	20.143	丙酸	C ₃ H ₆ O ₂	0.216 9
17	20.478 2	丁二酸二乙酯	C ₈ H ₁₄ O ₄	4.671 1
18	22.652 2	2-(三甲基硅基)乙醇	C ₅ H ₁₄ OSi	0.196 6
19	22.703 4	十七烷	C ₁₇ H ₃₆	0.301 6
20	22.754 6	己酸	C ₆ H ₁₂ O ₂	0.505 9
21	22.898 9	2,3,7-三甲基癸烷	C ₁₃ H ₂₈	0.182 0
22	23.043 2	二十七烷	C ₂₇ H ₅₆	0.365 8
23	23.182 9	4,8-二甲基十一烷	C ₁₃ H ₂₈	0.183 2
24	23.285 3	苯乙醇	C ₈ H ₁₀ O	8.947 0
25	23.885 9	1-碘代十八烷	C ₁₈ H ₃₇ I	0.186 3
26	24.058 1	辛酸	C ₈ H ₁₆ O ₂	0.419 2
27	24.113 9	2,6,10-十五烷	C ₁₈ H ₃₈	0.254 4
28	24.882 1	二十七烷	C ₂₇ H ₅₆	0.226 1

表 8 3 种野生复叶葡萄白兰地感官评定结果

项目	分数 (分)	感官评定标准	各地野生复叶葡萄白兰地感官评定分数(分)		
			平陆县	垣曲县	绛县
色泽	10	无色	10	10	10
澄清度	10	清澈透明、无悬浮物	9	9	9
香气	30	具有纯净的酒香和葡萄清香	22	24	20
口感	40	口味纯净,入口甜,口感偏苦,辛辣,纯正有回香	30	32	28
典型性	10	具有白兰地的应有风格	7	7	7
综合评分	100		78	82	74

含量、甲醇含量、总糖含量、pH 值分别为 38%、0.225 7 g/L、0.327 3 g/L、0.701 0 g/L、2.150 0 g/L、4.16;绛县野生复叶葡萄白兰地中乙醇度、总酸含量、总酯含量、甲醇含量、总糖含量、pH 值分别为 35%、0.207 9 g/L、0.290 4 g/L、0.689 0 g/L、2.380 0 g/L、4.18。

平陆县、垣曲县、绛县 3 种白兰地中分别鉴定出 32、32、28 种香气成分,主要有醇类、酯类、酸类、烷烃类、醛类;平陆县野生复叶葡萄白兰地中主体香源成分主要包括 1-戊醇、异丁醇、己酸、丁二酸二乙酯、苯乙醇、糠醛等;垣曲县野生复叶葡萄白兰地中主体香源成分主要包括异丁醇、正己醇、丁二酸二乙酯、2-乙基-3 丙基-己醇、苯乙醇、辛酸、糠醛等;绛县野生复叶葡萄白兰地中主体香源成分主要包括异硫氰酸丙酯、异丁醇、丙酸、丁二酸二乙酯、苯乙醇、辛酸、糠醛等。

根据 GB/T 11856—2008 标准的内容,分析 3 种野生复叶

地中苯乙醇占 8.983 8%,异丁醇占 5.081 8%;绛县野生复叶葡萄白兰地中苯乙醇占 8.947 0%,异丁醇占 5.531 5%。适当的高级醇香气醇厚,香味清冽绵长,具有浓郁的果香气味,但是含量高会使酒体气味太冲,具有不愉快的口感,对人体有害,而含量太低酒体就会变得酒味淡薄,不够完整,根据上述总结,醇类物质是构成酒体香气的重要组成成分。

3 种野生复叶葡萄白兰地中均存在的己酸、丙酸、辛酸等有机酸,主要起到助香、呈香的作用,也是影响酒体口感和风味的主要物质;而酯类是具有芳香性气味的化合物,呈现果味芳香,也可以在不同程度上起到增长酒香的作用。

2.4 野生复叶葡萄白兰地感官评定结果

常用记分方法是色泽 10 分、澄清度 10 分、香气 30 分、口感 40 分、典型性 10 分,总分 100 分,如表 8。由 5 人组成感官评定小组对 3 种野生复叶葡萄白兰地进行感官评定,取平均值。3 种野生复叶葡萄白兰地色泽透明度较高,清澈透明,无悬浮物,都具有白兰地应有的风格,垣曲县复叶葡萄具有较纯的葡萄清香及口感辛辣、纯正有回香。

3 讨论与结论

3.1 结论

对运城巾条山地区的 3 种野生复叶葡萄酒进行加工蒸馏成白兰地。通过 2 种不同的加热蒸馏方式,确定出电热套加热可以使乙醇度和香气物质更多的保留,并在一定程度上大大缩短生产周期。对加工制成的 3 种白兰地所含成分进行了理化测定,最终结果表明,平陆县野生复叶葡萄白兰地中乙醇度、总酸含量、总酯含量、甲醇含量、总糖含量、pH 值分别为 32%、0.237 6 g/L、0.308 9 g/L、0.616 0 g/L、1.870 0 g/L、4.10;垣曲县野生复叶葡萄白兰地中乙醇度、总酸含量、总酯

葡萄白兰地得到的理化分析结果及对酒体进行感官指标评定,野生复叶葡萄白兰地的产品为外观清澈透明,没有悬浮物,具有令人愉快的葡萄芳香,香气和谐、浓厚,口感醇和、绵软甘甜、纯正有回香。平陆县、垣曲县、绛县 3 种复叶葡萄白兰地中,垣曲县野生复叶葡萄白兰地感官综合评分最高,为 82 分。

3.2 讨论

本试验仅仅研究了 3 种野生复叶葡萄白兰地,利用 2 种不同的蒸馏工艺,测定了 6 种理化指标,可以说明不同蒸馏工艺对白兰地品质具有影响,不同品种白兰地之间的理化指标也有许多差距,对于中条山复叶葡萄的利用开发有着重要的参考价值。因为时间和一些其他条件因素的影响,本研究并没有做到很好的效果,原来准备在理化指标上再检测杂油醇和醛类等物质,因为诸多原因没有做到,后面会进一步研究。

彭 玲. 响应面法优化超声提取油茶壳总黄酮及抑菌性研究[J]. 江苏农业科学, 2018, 46(19): 227–230.

doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2018.19.060

响应面法优化超声提取油茶壳总黄酮及抑菌性研究

彭 玲

(宜春学院化学与生物工程学院, 江西宜春 336000)

摘要:利用响应面法对油茶壳中总黄酮超声提取工艺进行研究。油茶壳经过酶解预处理之后,在单因素试验的基础上,选定乙醇浓度、超声功率、提取时间为自变量,总黄酮提取量为响应值,通过响应面分析法研究各自变量交互作用及其对总黄酮提取量的影响,模拟得到二次回归方程,从而得到油茶壳总黄酮提取的最佳工艺条件。结果表明,最佳提取工艺条件如下:超声功率为 255 W,乙醇浓度为 41%,提取时间为 58 min;验证试验得到油茶壳总黄酮溶出率为 2.652 3%,与预期值吻合良好。油茶壳总黄酮提取物有抑菌活性,对枯草芽孢杆菌、大肠杆菌、金黄色葡萄球菌抑制作用明显。

关键词:油茶壳;总黄酮;提取;响应面;抑菌

中图分类号: TS201.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2018)19-0227-04

黄酮类化合物是指由 2 个具有酚羟基的苯环通过中央三碳原子相连接构成的一系列化合物^[1],用 $C_6-C_3-C_6$ 表示。有研究表明,黄酮类化合物大多与糖结合成苷,少部分以游离形式存在^[2-3]。大多数植物体内都含有黄酮类化合物,它对植物的生长、发育、开花、结果等方面有很重要的作用。直到 20 世纪 60 年代末,人们发现黄酮类化合物具有利胆、强心、镇痛、抗氧化、抗菌、抗癌、抗心脑血管疾病、抗病毒、免疫调节等多种生理功能及药理作用^[4],因此其提取物已被广泛应用于食品、药品、化妆品等产品中。

有关报道显示,油茶总皂苷分子极性较强,具有抗氧化、清除自由基的能力,但从油茶壳中提取总黄酮及其抑菌活性的研究至今较少。油茶是我国南方重要的木本油料作物,广泛分布于江西、湖南、福建、广东、广西等省(自治区),资源十分丰富。据统计全国有油茶 367 万 hm^2 ,每年产油 15 亿 kg,同时将产生 100 亿 kg 的油茶果壳^[5]。本着变废为宝的原则,

如果能将数量如此庞大的油茶壳加以有效利用,将带来巨大的经济效益,因此充分利用油茶壳中的黄酮类化合物具有十分重要的现实意义。

本试验针对油茶壳中总黄酮酶解-超声提取工艺进行研究,利用纤维素酶、蛋白酶、果胶酶预处理原料油茶壳^[6],然后采用单因素试验,确定超声功率、乙醇浓度、提取时间为显著因素,采用响应面法摸索出对油茶壳总黄酮化合物提取的最佳条件,并研究其抑菌活性,旨在为油茶壳总黄酮化合物的深度开发和工业化生产天然抑菌剂提供理论依据和方法指导。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

油茶壳,购自江西省宜春市油茶园,除杂清洗后自然风干,粉碎过 80 目筛。

无水乙醇,购自广州双船化学试剂厂;芸香苷标准品,购自中国药品生物制品检定所;纤维素酶、蛋白酶、果胶酶,购自诺维信生物技术有限公司;牛肉膏、蛋白胨、琼脂,购自广州味研生物科技有限公司。以上试剂均为分析纯。

1.2 仪器与设备

FW135 中草药粉碎机,购自上海隆拓仪器设备有限公司;HH-4 型数显恒温水浴锅,购自国华电器有限公司;DL-1000A 超声波清洗器,购自上海之信仪器有限公司;UV-5100 紫外可见分光光度计,购自上海元析仪器有限公司;CJ

收稿日期:2017-05-20

基金项目:国家留学基金(编号:留金法[2016]5113 号);江西省科学技术厅科技计划(编号:20132BBF60063);江西省教育厅青年基金(编号:GJJ14709);江西省宜春市 2016 年科技创新“六个一”工程(编号:JXYC2016KJCX013)。

作者简介:彭 玲(1981—),女,江西宜春人,硕士,副教授,研究方向为天然产物检测分析和食品生物技术。Tel: (0795) 3201985; E-mail: pling1981@126.com。

而在香气成分测定中,检测出的成分有 80 多种,峰面积设定为 0.2% 才得到本试验中的数据,不同的色谱条件测定出的香气成分数量也会有所不同。

参考文献:

- [1] 宋兴兴. 猕猴桃白兰地的发酵工艺研究[D]. 重庆:重庆大学,2014.
- [2] 姜忠军. 白兰地酿造工艺及质量评价指标研究[D]. 无锡:江南大学,2006.
- [3] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准

化管理委员会,白兰地:GB/T 11856—2008[S]. 北京:中国标准出版社,2008.

- [4] 刘晓艳,白卫东,黄玩娜. 柿子果酒香气成分的 GC-MS 分析[J]. 酿酒,2011,38(1):52-56.
- [5] 史静霞. 配制酒总酯的测定[J]. 酿酒,2001,28(4):95-96.
- [6] 黄晓钰,刘邻渭. 食品化学与分析综合实验[M]. 北京:中国农业大学出版社,2009:251-252.
- [7] Caldeira I, Santos R, Ricardo-da-Silva J M, et al. Kinetics of odorant compounds in wine brandies aged in different systems[J]. Food Chemistry, 2016, 211:937-946.