

全果发酵与榨汁发酵桑果酒成分差异研究

吴继军,肖更生,廖森泰,徐玉娟,余元善,温靖

(广东省农业科学院蚕业与农产品加工研究所,广东 广州 510610)

摘要: 采用萃取后气质联用色谱检测和顶空固相微萃取后气质联用检测分析桑果酒中的挥发性风味成分,研究全果发酵桑果酒和榨汁发酵桑果酒成分的区别。结果表明,对于挥发性风味成分而言,榨汁发酵桑果酒挥发性风味成分(63种)高于全果发酵(24种),而全果发酵酒体中的成分比榨汁发酵更为丰富。

关键词: 桑果酒; 发酵; 全果

中图分类号:TS262.7;TS261.4

文献标识码:A

文章编号:1001-9286(2012)09-0036-03

Study on the Difference in Flavoring Compositions of Mulberry Fruit Wine Fermented by Full Mulberry or by Mulberry Juice

WU Jijun, XIAO Gengsheng, LIAO Sentai, XU Yujuan, YU Yuanshan and WEN Jing

(Sericulture and Agricultural Food Processing Research Institute, Guangdong Academy of Agricultural Sciences, Guangzhou, Guangdong 510610, China)

Abstract: The volatile flavoring compositions of mulberry fruit wine fermented by full mulberry or by mulberry juice were extracted and analyzed by SPME-GC/MS. The difference in flavoring compositions of mulberry fruit wine fermented by different methods was investigated. The results showed that mulberry fruit wine fermented by mulberry juice had more volatile flavoring compositions (63 kinds) than mulberry fruit wine fermented by full mulberry (24 kinds), however, mulberry fruit wine fermented by full mulberry had richer compositions in wine body than mulberry fruit wine fermented by mulberry juice.

Key words: mulberry fruit wine; fermentation; full fruit

桑椹,又名桑果,是桑树的成熟果实,外观紫黑色,含有丰富的糖类、维生素和花青素等物质,自古以来就作为食品和中药材使用,中医认为桑果味甘性寒,归心、肝、肾经,具有滋阴补血、生津止渴、润肠通便等功效^[1]。已列入“药食两用”名单。近几年,桑椹已经作为一种新型的水果资源而在食品工业中得到广泛利用。桑椹成熟期短,上市较集中,加之果实柔软多汁、果皮无保护层,且极不耐贮藏和运输,导致其采后损失非常严重。因此,开展加工势在必行。目前,利用桑椹为主要原料已经开发了桑椹原汁、桑果汁饮料、桑果酒、桑果酱、桑椹红色素等产品。桑果酒是利用桑椹鲜果榨取的原汁为主要原料,采用现代果酒生产工艺生产的一种新型发酵果酒,含有丰富的花青素和白藜芦醇,产品附加值高,目前成为桑果加工研究的热点^[2-9]。

目前,对红葡萄酒而言,通常为全果破碎发酵数天后再取出皮渣继续发酵,采用该工艺能有效浸提葡萄中的

成分。而由于桑果酒研究较晚,研究也很不系统,产业规模还比较小,自有桑果原料的酿酒庄园较少,因此,采用全果发酵桑果酒的产品也很少,普遍采用的工艺为原料基地生产出桑果原汁后,再销售给果酒厂进行桑果酒的生产。因此,本实验研究比较了桑果酒全果发酵和榨汁发酵两种工艺在成分及风味上的异同,以期为全果发酵桑果酒的开发提供一些理论参考。

1 材料与方法

1.1 材料与设备

桑果:产自广州市花都区,品种为“大10”,可溶性固形物含量9.95%,滴定酸5.4 g/L(以柠檬酸计)。

二氯甲烷:色谱纯。

摇床,上海智诚 ZHWY-211B;打浆机,philip HR7625;气质联用色谱,Agilent 6890/5975。

1.2 桑果酒发酵

1.2.1 全果发酵桑果酒

基金项目:国家现代农业产业体系项目(nycytx-27-gw503)。

收稿日期:2012-05-18

作者简介:吴继军(1976-),男,江西省南昌市人,研究员,工学硕士,主要从事农产品加工方面的研究工作,Email:wujijun@126.com。

优先数字出版时间:2012-07-20;地址:<http://www.cnki.net/kcms/detail/52.1051.TS.20120720.0935.003.html>。

桑果采用打浆机破碎后,添加蔗糖调整到可溶性固形物为23%。以28℃发酵6d后,撇去表面的果渣,20℃继续发酵15d,将硅藻土过滤所得成品进行分析检测。

1.2.2 榨汁发酵桑果酒

桑果采用打浆机破碎后,用100目滤布榨汁,添加蔗糖调整到可溶性固形物含量达23%。28℃发酵6d后,撇去表面的果渣,20℃继续发酵15d,将硅藻土过滤所得成品进行分析检测。

1.3 成分分析

1.3.1 桑果酒酒体成分分析法

酒体成分萃取:取桑果酒100 mL和100 mL色谱纯二氯甲烷加入500 mL三角瓶中,以28℃、200 r/min摇床振荡1 h。用移液管吸取下层二氯甲烷萃取液10 mL,经0.45 μm微孔滤膜过滤后,采用气质联用色谱检测。

气质联用检测条件:

色谱条件:色谱柱:HP-5MS弹性毛细管柱25 m×0.22 mm×0.33 μm;升温:初始温度35℃,保持6 min,以3℃/min升至180℃,保持2 min;以5℃/min升至270℃,保持3 min,汽化温度:280℃;载气(He)流量1 mL/min。

质谱条件:电子轰击(EI)离子源;离子源温度250℃,电子能量:70 eV,接口温度:280℃,质量扫描范围m/z 10~450。

数据分析:通过MSD ChemStation D.03.00.611化学工作站数据处理系统,检索Nist2005谱图库,结合有关文献进行人工谱图解析,确认其化学成分。通过化学工作站数据处理系统,对匹配度大于80%的予以确认,按面积归一化法进行定量分析,计算出各成分的相对百分含量。

1.3.2 挥发性成分检测

顶空固相微萃取挥发性成分提取条件:将100 μm PDMS萃取头插入GC/MS进样口,于280℃老化1 h。在萃取前取8 mL桑果酒放置在15 mL密封顶空样品瓶中,将萃取头通过瓶盖的橡皮垫插入到顶空瓶中,推出纤维头,于50℃下顶空萃取30 min。随后抽回纤维头,从顶空瓶上拔出萃取头,再将萃取头迅速插入GC/MS汽化室,于280℃解析3 min,同时启动仪器采集数据。

气相色谱-质谱测定:

色谱条件:色谱柱:HP-5MS弹性毛细管柱25 m×0.22 mm×0.33 μm;升温程序:初始温度35℃,保持6 min,以5℃/min升至150℃,保持2 min;以10℃/min升至250℃,保持3 min,汽化温度:280℃;载气(He)流量1 mL/min。

质谱条件:电子轰击(EI)离子源;离子源温度

250℃,电子能量:70 eV,接口温度:280℃,质量扫描范围m/z 10~450。

数据分析:通过MSD ChemStation D.03.00.611化学工作站数据处理系统,检索Nist2005谱图库,结合有关文献进行人工谱图解析,确认其化学成分。通过化学工作站数据处理系统,对匹配度大于80%的予以确认,按面积归一化法进行定量分析,计算出各成分的相对百分含量。

2 结果与分析

2.1 桑果酒酒体成分对比

对全果发酵桑果酒和榨汁发酵桑果酒采用二氯甲烷萃取后进行气质联用检测分析,其总离子流谱图见图1,分析结果见表1。

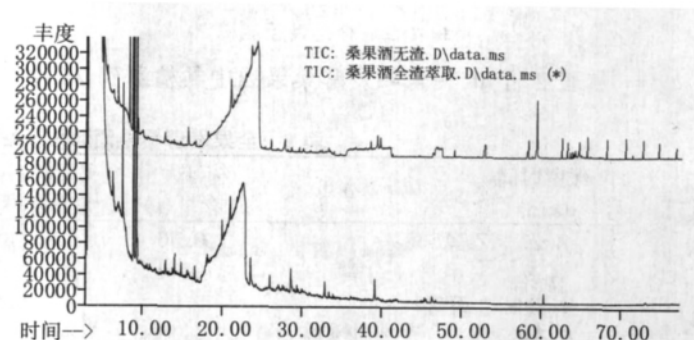


图1 全果发酵桑果酒和榨汁发酵桑果酒总离子流图

表1 全果发酵桑果酒和榨汁发酵桑果酒酒体成分对比分析表

序 号	保留时间 (min)	成分	榨汁发酵 含量(%)	全果发酵 含量(%)
1	8.919	2,3-丁二醇[R-(R*,R*)]	20.66	2.02
2	8.675	2,3-丁二醇	9.76	0
3	15.611	2-亚甲基丁二酸酐	0.21	0.77
4	16.521	5-甲基糠醛	-	0.24
5	24.22	甘油	66.98	93.28
6	25.937	2,5-二羟基-6-甲基-四氢吡喃酮	0	0.34
7	28.565	邻苯二酚	1.23	-
8	39.063	4-羟基苯乙醇	0.92	-
9	58.064	棕榈酸甲酯	0.25	0.22
10	59.228	棕榈酸	-	2.44
11	62.998	油酸甲酯	-	0.33
12	63.39	蛇床子素	-	0.14
13	63.664	硬脂酸甲酯	-	0.14
14	71.287	1,2-苯甲酸-2-异辛酯	-	0.08

从图1、表1结果可知,全果发酵桑果酒检测出11种成分。除甘油外,含量最高的为棕榈酸与2,3-丁二醇[R-(R*,R*)];榨汁发酵桑果只检测出7种成分,含量最高的为2,3-丁二醇[R-(R*,R*)]和2,3-丁二醇,其中全果发酵桑果酒中检测到而榨汁发酵桑果酒中未检测到的成分包括5-甲基糠醛、2,5-二羟基-6-甲基-四氢吡喃酮、棕榈酸、油酸甲酯、蛇床子素、硬脂酸甲酯、1,2-苯甲酸-

2-异辛酯等。

2.2 桑果酒挥发性成分对比

对全果发酵桑果酒和榨汁发酵桑果酒采用顶空固相微萃取后进行了气质联用检测分析,其谱图见图2,分析结果见表2。

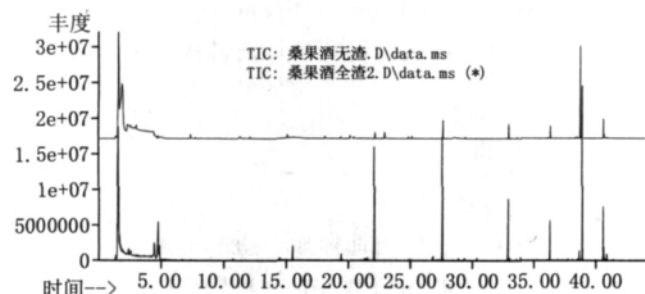


图2 全果发酵桑果酒和榨汁发酵桑果酒挥发性成分总离子流图

从表2可知,在全果发酵桑果酒中共检测到24种挥

发性成分,含量较高的为棕榈酸乙酯、亚油酸乙酯、癸酸乙酯、辛酸乙酯、十四碳酸乙酯等;榨汁发酵桑果酒检测到的成分达63种,含量较高的为棕榈酸乙酯、癸酸乙酯、月桂酸乙酯、辛酸乙酯、3-甲基-1-丁醇等。此外检测到许多全果发酵中未检测到的醇类、醛类、酯类风味成分,如3-甲基-1-丁醇、3-甲基-2-丁醇、金合欢基乙醛、癸醛、5-羟甲基-2-呋喃醛、己酸乙酯、苯己酸乙酯等。

3 讨论

研究结果表明,榨汁发酵桑果酒挥发性成分明显多于全果发酵桑果酒,而全果发酵桑果酒酒体中的成分比榨汁发酵桑果酒多。可能是全果发酵产生的挥发性成分,进一步与果渣中的成分反应转变成酒体中的成分。

桑果酒酒体中的成分采用萃取后直接检测的方法,而没有采用萃取后浓缩检测的方法,主要考虑到浓缩过程中可能会造成部分成分挥发损失,萃取后直接能检测

表2 全果发酵桑果酒和榨汁发酵桑果酒酒体挥发性成分对比分析结果

序 号	保留时间 (min)	成分	榨汁发酵 含量(%)	全果发酵 含量(%)	序 号	保留时间 (min)	成分	榨汁发酵 含量(%)	全果发酵 含量(%)
1	4.27	乙醇	0.56	1.32	34	33.165	十六烷	0.31	-
2	4.8	3-甲基-1-丁醇	9.44	-	35	34.061	癸酸-3-甲基-异丁酯	0.39	0.28
3	4.898	3-甲基-2-丁醇	2.24	-	36	34.65	十九醇	0.04	-
4	6.748	2,3-丁二醇[R-(R*,R*)]	0.15	3.84	37	35.054	十七烷	0.07	-
5	7.2	2,4-丁二醇	0.05	0.93	38	35.103	2,6,10,14-四甲基十五碳烷	0.06	-
6	7.434	丁酸乙酯	0.14	-	39	35.293	3,6,10-三甲基-3,7,11-三烯月桂酸	0.08	-
7	10.808	乙酸-3-甲基-1-丁酯	0.29	-	40	35.94	十四碳酸	0.07	-
8	12.186	甲氧基苯酚	-	1.26	41	36.461	十四碳酸乙酯	3.80	5.63
9	15.623	己酸乙酯	2.20	-	42	36.563	十八烷	0.04	-
10	19.002	乙酸乙酯	0.09	-	43	36.646	2,6,10,14-四甲基十六烷	0.04	-
11	19.431	苯乙醇	1.03	1.40	44	36.992	金合欢基乙醛	0.08	-
12	19.839	辛酸甲酯	0.03	-	45	37.104	6,10,14-三甲基-2-十五烷酮	0.06	-
13	20.468	5-羟基麦芽酚	-	1.47	46	37.138	十二烷酸-3-甲基丁酯	0.16	-
14	21.432	辛酸	0.49	-	47	37.333	邻苯二甲酸月桂酸丙酯	0.04	-
15	21.568	丁二酸二乙酯	0.40	0.29	48	37.746	棕榈酸乙酯	0.16	-
16	22.128	辛酸乙酯	18.49	4.09	49	37.844	十九烷	0.03	-
17	22.4	癸醛	0.03	-	50	38.126	棕榈酸甲酯	0.11	0.22
18	22.873	5-羟甲基-2-呋喃醛	0.05	-	51	38.477	邻苯二甲酸二丁酯	0.02	-
19	22.98	香茅醇	0.04	-	52	38.525	棕榈酸	0.20	0.87
20	23.437	苯己酸乙酯	0.03	-	53	38.662	11-烯十六碳酸乙酯	0.94	0.89
21	24.952	壬酸乙酯	0.22	-	54	38.915	棕榈酸乙酯	19.83	39.01
22	25.721	癸酸甲酯	0.05	-	55	39.217	6-苯-2,4-二氨基,1,3,5-三嗪	0.10	-
23	26.914	癸酸	1.38	0.33	56	39.937	十七烷酸乙酯	0.07	-
24	27.42	9-癸烯酸乙酯	0.18	-	57	40.01	正十二醚	0.04	-
25	27.673	癸酸乙酯	19.67	11.38	58	40.074	6-烯十八碳酸甲酯	0.05	-
26	27.805	十四烷	0.08	-	59	40.263	硬脂酸甲酯	0.03	-
27	29.333	3,8-二甲基十一烷	0.04	-	60	40.599	亚油酸乙酯	4.72	8.65
28	30.273	十一碳酸乙酯	0.06	-	61	40.658	亚麻酸甲酯	1.24	-
29	30.473	十五烷	0.41	-	62	40.716	油酸乙酯	0.30	-
30	31.807	癸酸异丁酯	0.05	-	63	40.755	4,4'-(异亚丙基)双酚	0.11	-
31	32.191	月桂酸	0.18	-	64	40.906	硬脂酸乙酯	0.57	-
32	32.839	邻苯二甲酸二乙酯	0.11	0.44	65	41.398	癸酸-3-甲基-异丁酯	0.15	-
33	33.024	月桂酸乙酯	7.93	-					

(下转第45页)

- logical and chemical development in fungi (Review)[J].Fungal Genetics and Biology,2008,45:1053-1061.
- [6] Özgür Bayram,Sven Krappmann,Min Ni,et al.VelB/VeA/LaeA Complex Coordinates Light Signal with Fungal Development and Secondary Metabolism[J].Science,2008,320:1504-1506.
- [7] Tsuyo shi Miyake,Akira Mori, Toshie Kii,et al.Light effects on cell development and secondary metabolism in *Monascus* [J].JInd Microbiol Biotechnol,2005,32:103-108.
- [8] Nancy P. Keller, Geoffrey Turner,Joan W. Bennett. Fungal secondary metabolism from biochemistry to genomics. Reviews[J]. Nature,Microbiology,2005,3:937-947.
- [9] 宋水山,司世林,汪继东,等.不同氮源对红曲霉菌产红曲色素的影响[J].河北省科学院学报,1992(4):65-71.
- [10] 王昌禄,张晓伟,陈勉华,等.红光对红曲霉生长及次级代谢产物的影响[J].天然产物研究与开发,2009(21):91-95.
- [11] Hee-Seo Kim,Kyu-Yong Han,Kyung-Jin Kim,et al.The ve A gene activates sexual development in *Aspergillus nidulans* [J]. Fungal Genetics and Biology,2002(37):72-80.
- [12] Petra Spröte·Axel A,Brakhage. The light-dependent regulator velvet A of *Aspergillus nidulans* acts as a repressor of the penicillin biosynthesis[J]. Arch Microbiol ,2007(188):69-79.
- [13] Palanivel Velmurugan,Yong Hoon Lee,Chidambaram Kulandaisamy Venil,et al. Effect of light on growth, intracellular and extracellular pigment production by five pigment-producing filamentous fungi in synthetic medium[J]. Journal of Bioscience and Bioengineering ,2010,109:346-350.
- [14] Özlem Sarikaya Bayram, Özgür Bayram,Oliver Valerius,et al. LaeA Control of Velvet Family Regulatory Proteins for Light-Dependent Development and Fungal Cell-Type Specificity[J].PLoS Genetics,2010(12):1-17.
- [15] Janyce A.Sugui,Julian Pardo,Yun C.Chang,et al.Role of laeA in the Regulation of alb1, gliP, Conidial Morphology, and Virulence in *Aspergillus fumigates* [J].Eukaryotic Cell, 2007,6:1552-1561.
- [16] Saori Amaike, Nancy P. Keller.Distinct Roles for VeA and LaeA in Development and Pathogenesis of *Aspergillus Flavus* [J].Eukaryotic Cell,2009(8):1051-1060.

(上接第38页)

到的成分一定程度上反映果酒酒体中含量最高的成分。

参考文献:

- [1] 刘学铭,肖更生,陈卫东.桑椹的研究与开发进展[J].中草药,2001,32(6):569-571.
- [2] 吴继军,肖更生,刘学铭,等.桑椹酒的研制与规模化生产[J].食品与发酵工业,2002,28(6):76-77.
- [3] 陈祖满.桑椹酒人工发酵过程中化学成分变化的研究[J].中国酿造,2010(8):139-141.
- [4] 梁明芝,孙日彦,杜建勋,等.桑椹的化学成分及药理作用[J].广西蚕业,2004,41(4):39-41.
- [5] 陈娟,阚建全,张荣,等.蜂蜜桑椹酒主要成分的分析[J].食品与发酵工业,2011,37(2):113-119.
- [6] 史青龙,樊明涛,马兆瑞.营养型桑椹酒加工工艺的研究[J].酿酒,2005,32(6):78-79.
- [7] 王艳辉,白兴荣,等.桑椹干红的营养成分分析[J].云南农业科技,2006(2):29-30.
- [8] 买买提依明,刘念,印玉萍,等.新疆药桑果酒营养成分分析与保健作用探讨[J].酿酒科技,2007(8):40-44.
- [9] 梁金水.桑椹酒的酿制工艺[J].酿酒科技,2003(6):98-100.

(上接第41页)

取率比索氏提取法略低,但油中脂肪酸含量较低;石油醚浸泡法提取率最低,且提取油中杂质最多。由此可见,索氏提取法对于葡萄皮中油脂的提取效果最优。

参考文献:

- [1] 彭丽霞,黄彦芳,刘翠平,等.酿酒葡萄皮渣的综合利用[J].酿酒科技,2010(10):93-96.
- [2] 李莹,苏婷婷,王战勇.葡萄加工副产品的综合利用研究[J].食品科学,2006,22(4):106-108.
- [3] 唐春江,舒畅.刺葡萄籽油萃取及成分分析研究[J].农产品加工:学刊,2012,268(1):49-51.
- [4] 邹磊.酿酒后葡萄籽综合利用的研究进展[J].中国酿造,2012(1):16-18.
- [5] 张国治,韩宝丽,王伟玲,等.葡萄籽油中脂肪酸成分分析[J].粮食科技与经济,2011,36(3):49-50.
- [6] 张振华,闫红,葛毅强,等.超临界流体萃取葡萄皮精油的最佳工艺研究[J].食品科学,2005,26(3):94-96.
- [7] 张振华,闫红,倪元颖,等.超临界流体萃取葡萄皮精油的影响因素研究[J].食品工业,2004(3):18-19.
- [8] 刘玉梅,高智明,王健,等.裸仁南瓜籽及南瓜籽油的营养成分研究[J].食品工业科技,2010,31(6):313-316.
- [9] 刘祝祥,陈功锡,欧阳妹敏,等.华榛种仁油提取及 GC-MS 分析[J].中国油脂,2011,36(9):14-17.
- [10] 高鹏,赵曙辉,邵志宇.GC-MS 法分析鹰嘴豆油中脂肪酸组成及含量[J].中国油脂,2008,33(6):76-77.
- [11] GB/T 22478—2008,葡萄籽油中国标准书号[S].
- [12] 李淳,胡定煜,李双石,等.金花葵籽油中不饱和脂肪酸的 GC-MS 测定[J].食品研究与开发,2012,33(5):121-123.