

玫瑰香甜白葡萄酒的生产及风味特征分析

张 军^{1,2}, 俞 然², 邢 凯², 张福庆², 尹吉泰², 肖冬光¹

(1. 天津科技大学生物工程学院, 教育部工业微生物重点实验室, 天津 300457; 2. 中法合营王朝葡萄酒有限公司, 天津 300402)

摘 要: 将天津产地玫瑰香葡萄推迟采摘, 作为生产玫瑰香甜白葡萄酒原料。通过小试试验确定了葡萄汁冷冻分离温度为 -6°C 。对葡萄汁进行冷冻浓缩处理, 得到了高糖度的玫瑰香葡萄汁, 并发酵生产出玫瑰香甜白葡萄酒。利用顶空固相微萃取-气相色谱/质谱联用技术对此玫瑰香甜白葡萄酒的风味特征进行分析, 定性检测出 66 种风味物质, 并对 23 种风味物质进行了准确定量分析。

关键词: 葡萄酒; 玫瑰香葡萄; 冷冻分离; 甜白葡萄酒; 风味物质; 气质联用

中图分类号: TS262.6; O657.7; TS261.4 文献标识码: A 文章编号: 1001-9286(2010)08-0017-04

Production of Muscat Sweet White Grape Wine & Analysis of Its Flavoring Compositions

ZHANG Jun^{1,2}, YU Ran², XING Kai², ZHANG Fu-qing², YIN Ji-tai² and XIAO Dong-guang¹

(1. College of Bioengineering, Tianjin University of Science and Technology, Key Lab of Industrial Microbiology, Ministry of Education, Tianjin 300457; 2. Sino-French Joint-venture Dynasty Winery Ltd, Tianjin 300402, China)

Abstract: The harvest of Muscat grape in Tianjin was postponed. Later it was used as raw materials to produce muscat sweet white grape wine. Freezing separation temperature of grape juice was determined as -6°C by trial test and high-sugar grape juice was obtained through freezing concentration of grape juice. Then muscat sweet grape wine was produced through fermentation of high-sugar grape juice. HS-SPME-GC/MS was applied to analyze the flavoring compositions in muscat sweet white grape wine and 66 kinds of flavoring substances were separated and 23 kinds of them were selected for accurate quantitative analysis.

Key words: wine; Muscat grape; freezing separation; sweet white grape wine; flavoring compositions; GC-MS

甜型葡萄酒多数是在餐后搭配甜点时饮用, 因而也被称作“甜点酒”, 包括加强型的波特酒(Port)、雪莉酒(Sherry)、马德拉酒(Madeira)等, 也包括自然发酵的甜型葡萄酒等。不完全将糖发酵成酒精, 保留一部分糖分是生产甜白酒的方法之一。酿造甜型酒的葡萄应该具有较高的糖度, 冰酒就是通过葡萄天然冰冻后, 将其中的水以晶体状态除去, 达到将果汁浓缩的目的。生产冰酒一定要求以健康的葡萄为原料, 葡萄一旦受损, 在冰冻的过程中就会破裂腐烂。因此, 冰酒呈现了葡萄自身最浓郁的纯净风味。贵腐酒(Noble Rot)是甜白葡萄酒中最为高贵的一种, 它是由于灰霉菌对葡萄皮的侵染, 真菌的菌丝刺破葡萄皮表面的蜡质层, 让葡萄在日照中很容易失去水分而将葡萄汁浓缩^[1-2]。

本文以天津产地玫瑰香葡萄为原料生产甜白葡萄酒, 为了提高原料的含糖量, 借鉴了冰酒的生产工艺——推迟采收期, 然后通过冷冻浓缩技术得到高糖度玫瑰香

葡萄汁, 发酵生产出玫瑰香甜白葡萄酒^[3-4]。

随着现代分析技术的发展, 色谱法被广泛应用于葡萄酒风味物质的分离和鉴定, 如气相色谱(GC)、高效液相色谱(HPLC)、气相色谱-质谱联用系统(GC-MS)等。随着顶空固相微萃取技术的出现, 用顶空固相微萃取-气相色谱/质谱联用(HS-SPME-GC/MS)技术已成为研究葡萄酒香气成分的重要的、有效的手段^[5-6]。

本文利用气相色谱/质谱联用技术, 对玫瑰香甜白葡萄酒进行风味物质分析, 并且和普通玫瑰香干白葡萄酒进行对比, 了解玫瑰香甜白葡萄酒的风味特征。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

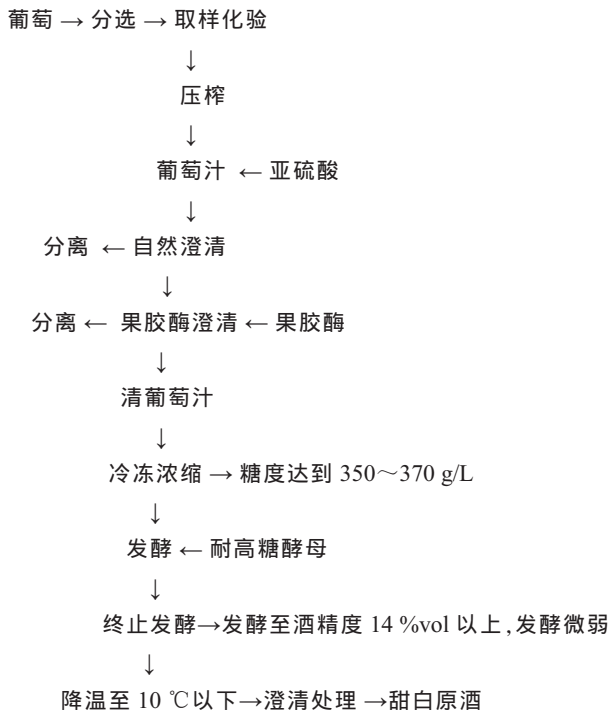
玫瑰香葡萄; 连续气囊压榨机; 可控温冰柜; 葡萄酒全自动分析仪; 冷冻机。

1.2 玫瑰香甜白酒的生产工艺流程

基金项目 天津市农业科技成果转化与推广项目(0802140) 天津市科技支撑计划重点项目(08ZCKFNC00500)资助。

收稿日期: 2010-05-28

作者简介 张军(1980-), 男, 天津科技大学博士, 中法合营王朝葡萄酒有限公司酿酒工程师。



1.3 玫瑰香葡萄酒风味物质的测定方法^[5]

方法:顶空固相微萃取-气相色谱/质谱联用(HS-SPME-GC/MS)技术。

内标溶液的配制:精确称取二甲基戊醇 34.7 mg 溶于 10 mL 无水乙醇中,配制成浓度为 3470 mg/L 的内标溶液,摇匀置于 4 °C 冰箱贮存备用。

顶空固相微萃取:所用的样品瓶体积为 20 mL,每次取酒样 10 mL,加内标 10 μ L 置于固相微萃取装置上,PDMS 纤维头作为萃取头,萃取后进行 GC-MS 分析。

气相色谱条件为:N-NOWAX 柱(60 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μ m);程序升温:初始温度为 40 °C,保留 5 min 后,以 8 °C/min 升至 160 °C,再以 5 °C/min 升至 208 °C,然后再以 8 °C/min 升至 250 °C,保留 10 min;GC 运行时间为 44.85 min。

质谱条件:EI 源,电离电压 70 eV,离子源温度为 230 °C,扫描范围 40~450 amu。

2 结果与分析

2.1 天津产地玫瑰香甜白葡萄酒的生产^[2]

天津产地玫瑰香葡萄具有果肉多,果汁中等,汁无色、糖高酸低、玫瑰香气浓郁等特点,是酿造甜白葡萄酒的优质原料。酿造甜白酒的葡萄应该具有较高的糖度,为了提高原料的含糖量,借鉴了冰酒的生产工艺——推迟采收期,将玫瑰香葡萄的采收时间由正常的 9 月中旬推迟至 10 月上中旬,使葡萄糖度达到 200 g/L 以上再进行采收。天津地区在 8 月下旬至 10 月上中旬期间天气晴朗凉爽,温差大、较干燥、降雨少,有利于葡萄糖分的进一步

积累。在 10 月上中旬采摘比较适宜,既能获得较满意的糖度,又能保留比较浓郁的果香,从而保证了发酵后葡萄酒的品质^[7]。将采摘后的原料进行压榨,果汁经过 2 次澄清后,进行冷冻浓缩,通过冷冻使果汁中的部分水分结冰析出,从而提高果汁的糖度。经过冷冻浓缩分离后的果汁,其糖度由 200 g/L 提高到 350~370 g/L,加入酵母发酵生产出玫瑰香甜白葡萄酒。

2.1.1 葡萄的压榨与葡萄汁的冷冻浓缩

将新鲜采摘的、成熟的优质玫瑰香葡萄破碎、压榨取汁,将混汁在低温下进行澄清处理,然后将清汁与混底分离,获得清汁。原玫瑰香葡萄约 90 t,压榨、澄清分离后得清汁 60 t,糖度为 203 g/L,酸度为 6.3 g/L。在生产上对葡萄汁冷冻浓缩前,需要先进行冷冻法浓缩分离葡萄汁的小试试验。

2.1.1.1 葡萄汁的冷冻浓缩试验

取 10 个果汁样各 200 mL,温度分别控制在 -1 °C、-2 °C、至 -10 °C,达到温度后,低温下用纱布将固液分离,测量出固液分体积,计算出体积之比,并检测固液相糖、酸的含量。出现过冷状况时,需要添加晶母。

当温度为 -3 °C 时,开始冻结,当温度达到 -10 °C 时,完全冻结。检测结果为:随着冷冻温度的降低,冻结率的升高,分离所得液相部分的糖度、酸度逐渐升高。以液相糖度为代表,绘制冻结率、糖度随温度变化图,如图 1。

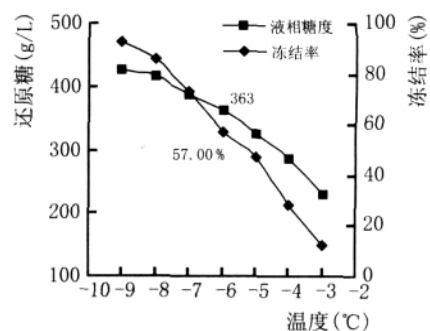


图1 冻结率、液体部分糖度随温度变化图

从图1中结果可以看出,当温度为 -6 °C 时,冻结率为 57%,液相糖度为 363 g/L;此糖度可以满足预定需要的糖度,并且冻结率不是很高,所以选择 -6 °C 作为生产时的冷冻温度。

2.1.1.2 葡萄汁的冷冻浓缩生产

将此批玫瑰香葡萄汁 60 t,通过低温酒精循环拉温冷冻。为了更好控制冷冻分离液的浓度和适当减少能源消耗,生产中采用了 2 次冷冻分离的方法:即第一次先将葡萄汁冷冻到 -5 °C,循环保温 3~5 d,取样检测液体部分糖度,然后将液体部分与冰晶分离;将分离后的液体部分继续冷冻至 -6 °C,循环保温 3~5 d,再次取样检测液体部分糖度,当浓缩果汁含糖量达到 350~370 g/L 时,

将液体部分与冰晶分离。在以上两个分离温度下,葡萄汁中结成冰霜或小冰渣,为了便于分离,冰液混合物直接采用滴干的方法分离,即通过一定密度的筛网过滤,分离出冰渣,得到分离液。分离后液体部分果汁的数据与原汁数据见表 1。

表 1 玫瑰香葡萄汁冷冻浓缩前后各数值对比

项目	分离时温度 (°C)	数量 (t)	糖度 (g/L)	酸度 (g/L)
冷冻前		60	203	6.3
第一次冷冻分离后液体部分	-5	30	320	6.8
第二次冷冻分离后液体部分	-6	24.5	368	7.2

由表 1 中结果可以看出,60 t 待浓缩玫瑰香葡萄汁,通过 2 次冷冻分离,得到了 24.5 t 糖度为 368 g/L、酸度为 7.2 g/L 的浓缩玫瑰香葡萄汁,与小试试验预计的结果基本相似,说明冷冻分离技术可以运用于生产,制备浓缩葡萄汁;同时发现,葡萄汁中糖度易于通过冷冻法在液相中进行浓缩分离,而葡萄汁中酸度不易于通过冷冻法在液相中进行浓缩分离。

2.1.2 果汁的发酵

将冷冻浓缩后得到的 24.5 t 糖度为 368 g/L、酸度为 7.2 g/L 的玫瑰香葡萄汁转入发酵罐中,添加活化后的优质葡萄酒活性干酵母进行发酵(此活性干酵母具有耐高糖、耐酒精和耐低温的优良特性),发酵温度控制在 18~20 °C。

加入酵母 3 d 后,发酵比较旺盛;10 d 以后,发酵逐渐减慢;发酵进行 30 d 以后,发酵比较微弱,镜检发现酵母存活率很低,此时酒精度为 14.1 g/L,残糖为 130 g/L,添加 SO₂ 封罐,终止发酵。

2.1.3 澄清处理

发酵终止后,添加皂土进行澄清处理,皂土用量根据小试实验来定,此批酒中皂土用量为 1.0 g/L,下完皂土静置 10 d 后,过滤共得甜白原酒 23 t,理化指标见表 2。

表 2 玫瑰香甜白葡萄酒理化数据

品种	玫瑰香甜 白葡萄酒	品种	玫瑰香甜 白葡萄酒
酒精(%vol)	14	游离 SO ₂ (mg/L)	45
还原糖(g/L)	128	总 SO ₂ (mg/L)	120
总酸(g/L)	7.8	挥发酸(g/L)	0.5

2.1.4 酒体品评

对新酿的玫瑰香甜白葡萄酒进行品评,评语为:漂亮的浅金黄色,澄清透明,纯正优雅的玫瑰香果香、花香和蜜香,酒香纯正,酒体醇厚圆润,甜酸适度,尾味绵长,产品体现了地域特点,后味略有苦涩感。

2.2 玫瑰香甜白葡萄酒风味物质分析

将天津产地玫瑰香葡萄为原料生产的甜白葡萄酒,

利用顶空固相微萃取-气相色谱/质谱联用(HS-SPME-GC/MS)技术进行风味特征检测,并且与普通天津产地

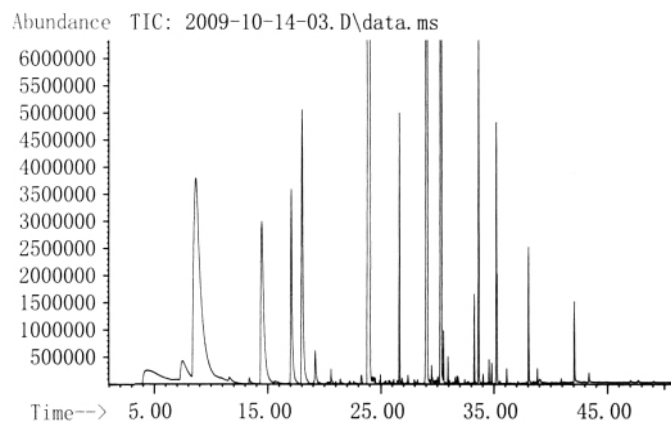


图 2 玫瑰香葡萄酒中风味物质的 GC-MS 总离子流色谱图
玫瑰香干白葡萄酒进行对照,色谱图见图 2。

玫瑰香甜白葡萄酒共定性检测出 66 种风味物质,玫瑰香干白葡萄酒共定性检测出 58 种风味物质,其中选择了 23 种风味物质进行准确定量,这 23 种风味物质包括 2-苯乙醇、萜烯类、醇类、酯类物质,与玫瑰香葡萄酒风味特点最密切相关,结果见表 3。

从表 3 中结果数据表明:天津产地玫瑰香甜白葡萄酒中,突出玫瑰香品种特有果香的 2-苯乙醇和萜烯类物质含量,均高出普通玫瑰香干白葡萄酒 1 倍以上,其中在玫瑰香葡萄酒中含量最高的是 2-苯乙醇和里哪醇;在高级醇类物质中,玫瑰香甜白葡萄酒也比干白葡萄酒高出 50%到 1 倍以上,含量较高的是异戊醇、己醇和 3-甲硫基-1-丙醇,高级醇含量过低会造成葡萄酒不醇厚、淡薄和单调的味感,含量过高会给人以辛辣和不愉快的苦涩味^[1,8,9]。玫瑰香甜白葡萄酒中酯类物质的含量高出玫瑰香干白葡萄酒 1~2 倍以上,其中含量比较高的是乙酸异戊酯、丁酸乙酯、辛酸乙酯和癸酸乙酯。总体来说,在天津产地玫瑰香甜白葡萄酒中,突出花香和果香风味物质的含量,平均高出普通玫瑰香干白葡萄酒 1 倍以上。

3 结论

通过将天津产地玫瑰香葡萄推迟采摘,对葡萄汁进行冷冻浓缩处理,得到了高糖度的玫瑰香葡萄汁,并发酵生产玫瑰香甜白葡萄酒。该酒玫瑰香品种香、花香、果香浓郁,酒香纯正,入口醇厚圆润,协调平衡,属于高品质甜白葡萄酒。通过气相色谱/质谱联用技术对玫瑰香甜白葡萄酒进行检测分析,共定性检测出 66 种风味物质,其中选择了 23 种风味物质进行准确定量,结果表明,在天津产地玫瑰香甜白葡萄酒中,突出花香和果香风味物质的含量,平均高出普通玫瑰香干白葡萄酒 1 倍以上。

表3 天津产地玫瑰香甜白与干白葡萄酒中风味物质对照^[6]

物质名称	玫瑰香甜白葡萄酒中含量(μg/L)	玫瑰香干白葡萄酒中含量(μg/L)	感官特征
苯乙醇	39325.12	23528.41	玫瑰香气,桃子味道
萘品醇	58.82	23.45	松木味,类萘烯味
柠檬烯	6.23	1.85	特有的橙、柠檬香气
香茅醇	61.32	26.83	玫瑰香气
香叶醇	26.45	9.86	玫瑰花香气,桃味
里哪醇	1669.06	917.35	具典型的花香香气
异戊醇	327028.27	213054.92	尖刺气息
3-甲硫基-1-丙醇	5134.25	8631.46	
1-癸醇	135.12	55.39	似橙花的气味,特有的淡油脂味
2-壬醇	58.65	17.32	强烈的水果清香气味
1-己醇	2512.31	1143.01	具水果香气及青草味
丁酸乙酯	1021.25	384.99	焦臭,奶酪臭
乙酸异戊酯	10518.56	4486.08	强烈的水果香气,带梨的甜酸味
己酸乙酯	715.25	254.36	强烈的菠萝,香蕉型的水果香气
庚酸乙酯	18.35	2.77	似康酿克酒香,水果香气和相应的味道
辛酸甲酯	32.23	5.39	强烈的柑桔香气
辛酸乙酯	2565.36	1082.20	令人愉快的花果香气
己酸异戊酯	19.39	5.55	
壬酸乙酯	22.35	3.77	具玫瑰香-果香的康酿克酒的气味
癸酸甲酯	8.26	2.39	
癸酸乙酯	1365.86	901.91	似葡萄的水果香气
丁二酸二乙酯	448.10	91.09	令人愉快的微弱香气
大马士酮	929.36	2223.43	

参考文献:

- [1] 赵光鳌,尹卓容,张继民,等译.葡萄酒酿造学-原理及应用(第1版)[M].北京:轻工业出版社,2001.
- [2] 张春娅,张军,王树生,等.一种甜型白葡萄酒的生产方法[J].酿酒,2006,(6):80-81.
- [3] 高年发,高玉荣.低醇干白葡萄酒生产工艺的研究[J].酿酒科技,2000,(6):76-78.
- [4] 肖旭霖,李慧.苹果汁冷冻浓缩工艺的研究[J].农业工程学报,2006,22(1):192-194.
- [5] 王方,王伟,尹吉泰,等.顶空固相微萃取-气相色谱/质谱对玫瑰香葡萄酒挥发性成分的研究[J].现代仪器,2007,(3):66-68.
- [6] Setkova Lucie, Risticvic Sanja, Pawliszyn Janusz. Rapid headspace solid-phase microextraction-gas chromatographic-time-of-flight mass spectrometric method for qualitative profiling of ice wine volatile fraction - II: Classification of Canadian and Czech ice wines using statistical evaluation of the data[J]. Journal of Chromatography, 2007, A1147(2): 224-240.
- [7] 张福庆,李巍,田卫东,等.玫瑰香品种特性与汉沽产地特征分析[J].中外葡萄与葡萄酒,2007,(5):39-42.
- [8] 李华.葡萄酒品尝学[M].北京:科学出版社,2006.
- [9] 李华,王华,袁春龙,等.葡萄酒化学[M].北京:科学出版社,2005.

长江大学专家教授团莅临湖北枝江酒业参观交流

本刊讯 2010年7月20日,笔者从湖北枝江酒业股份有限公司获悉:7月14日,长江大学各院系领导及专家教授一行30多人,莅临该公司参观考察,受到了湖北枝江酒业总经理张春雷的热情接待,双方还就进一步深化合作进行了友好的交流。这是继5月26日长江大学生物工程系22名学生到湖北枝江酒业开展实践学习活动之后,该校师长接踵而至。

长江大学院系领导一行参观了湖北枝江酒业即将竣工投产的2万吨基酒基地工程,省内最大的单体酿造车间、现代化的灌装中心、包装车间、技术中心,以及企业文化展厅。来访的长江大学院系领导和专家教授中,有的曾多次亲临湖北枝江酒业,他们目睹了湖北枝江酒业的发展变化,见证了湖北枝江酒业的不断壮大的历程和辉煌业绩。

在交流座谈中,张春雷说,“枝江”是荆楚大地上成长起来的品牌,在历史上,枝江县就曾归属荆州府管辖。在近200年的历史发展中,枝江酒一直倍受荆州人民的关注和支持,在近年的市场销售中,荆州也一直是湖北枝江酒业在全国化大市场中的重点明星市场。感谢荆州人民长期以来对枝江酒和“枝江”品牌的支持和厚爱。另外,湖北枝江酒业现有技术管理人才中,就有很多毕业于长江大学。感谢长江大学为湖北枝江酒业输送了大量优秀的人才。

长江大学的专家教授们纷纷表示,湖北枝江酒业高密度的人才队伍、先进的技术设备、良好的科研氛围,特别是湖北省博士后枝江酒业产业基地、湖北省酿酒工程技术中心这两大重要平台,令长江大学的师生们非常羡慕,受到包括长江大学在内的省内及至国内众多高校的青睐。湖北枝江酒业是高校教学科研和学生实践的一个重要基地。他们希望与湖北枝江酒业在更广的领域、更深层次开展交流与合作。(杨至爱、闫友华)