

云南小曲固态发酵白酒的风味物质分析

李 芬

(云南玉林泉酒业有限公司, 云南 玉溪 653200)

摘 要: 气相色谱分析法可快速分析白酒中的呈香、呈味物质, 是指导酿酒、勾调车间保证产品质量的重要方法。采用气相色谱分析法分析固态发酵玉林泉白酒中的香味成分, 确定其主要是以乙酸乙酯为主体香、乳酸乙酯和 2-苯乙醇为辅的芳香族化合物。

关键词: 白酒; 玉林泉基酒; 气相色谱; 风味物质

中图分类号: TS262.36; O657.71; TS261.7

文献标识码: B

文章编号: 1001- 9286(2008) 04- 0080- 03

Analysis of Flavoring Substances of Yun'nan Xiaoqu Liquor by Solid Fermentation

LI Feng

(Yulinquan Liquor Industry Co.Ltd., Yuxi, Yun'nan 653200, China)

Abstract: GC analysis method could rapidly analyze flavor-producing substances and aroma-producing substances in liquor and it is an important approach to ensure liquor quality by guiding liquor-making and liquor blending. GC analysis method was applied to analyze flavoring substances of Yun'nan Xiaoqu liquor by solid fermentation. The results suggested that ethyl acetate was the main flavoring substance and aromatic compounds such as ethyl lactate and 2-phenyl ethanol were auxilliary flavoring substances. (Tran. by YUE Yang)

Key words: liquor; Yulinquan base liquor; gas chromatograph; flavoring substances

在我国古籍中, 记载云南资料中最早出现“酒”字的文献要算晋代即公元四世纪中叶(348~354 年)成书的《华阳国志》。在历史上, 酒与云南各少数民族有着深厚的情谊, 酒离不开少数民族, 正像少数民族离不开酒一样。

云南地处祖国西南边疆, 气候温和, 雨量充沛, 空气湿润; 山川秀丽, 泉甘水冽; 土地肥沃, 资源富饶, 物产丰富; 且与我国名酒产区贵州、四川紧相接壤, 大自然也给云南恩赐了良好的酿酒条件。因此, 云南的酒源远流长, 在云南传统食品中占有很重要的地位。但是, 云南白酒业发展较其他省份慢, 主要原因: 一是管理者理念滞后; 二是资金薄弱, 研发实力有限, 技术投入不足, 不能及时指导生产; 甚至一些小企业整体装备水平较低, 不能对产品采取全面有效的检测和控制。玉林泉酒业充分认识到了这一点, 加大科技设备投入, 以满足科研之需, 不断提高产品质量。

云南酿酒原料种类较多, 生产工艺也各不相同, 有固态法发酵白酒、半液半固态法发酵白酒、果露酒、配制型白酒等, 品种花样繁多。笔者以云南小曲白酒典型代表酒玉林泉基酒为样品, 利用气相色谱仪分析其中杂醇

油、甲醇等控制性组分的含量及呈香呈味物质含量。

1 材料与方法

1.1 试验材料

经纯粮固态法发酵蒸馏得不同酒度的玉林泉原酒; 玉林泉 20 年、10 年、5 年陈酿基酒及新烤的入库酒。

1.2 仪器

日本岛津- GC2010; 柱子: 毛细管柱, Rtx- 1, 30 m×0.25 mm×0.25 μm。

1.3 标准溶液的配制

1.3.1 乙醇标准溶液的配制

准确量取 550 mL 无水乙醇, 蒸馏水定容至 1000 mL, 得到 55 %vol 的乙醇溶液。

1.3.2 标准物质溶液的配制

准确称取乙醛、乙酸乙酯、甲醇、丁酸乙酯、正丙醇、异丁醇、叔戊醇、戊酸乙酯、庚酸乙酯、乙酸异戊酯、乙酸正戊醇(内标)、异戊醇、己酸乙酯、乳酸乙酯、辛酸乙酯、乙酸、糠醛、丙酸、丁酸、丁二酸二乙酯、2- 乙基丁酸、2- 苯乙醇、油酸乙酯各 0.2 g, 分别用乙醇标准溶液定容至 100 mL。得乙醛、乙酸乙酯、甲醇、丁酸乙酯等 2 g/L 的

收稿日期: 2008- 01- 29

作者简介 李芬(1971-), 女, 云南玉溪人, 大专, 高级品酒师, 白酒云南省评委, 发表论文数篇。

标准溶液, 冷藏备用。

1.3.3 混合标准溶液

根据各香味物质在白酒中的相对含量, 准确吸取乙醛、乙酸乙酯、甲醇、丁酸乙酯、正丙醇、异丁醇、叔戊醇、戊酸乙酯、庚酸乙酯、乙酸异戊酯、乙酸正戊醇(内标)、异戊醇、己酸乙酯、乳酸乙酯、辛酸乙酯、乙酸、糠醛、丙酸、丁酸、丁二酸二乙酯、2-乙基丁酸、2-苯乙醇、油酸乙酯的毫升数, 定容至 100 mL, 得到各物质浓度的混合标准溶液, 冷藏备用。

1.4 色谱条件

进样量: 1 μ L, 进样方式: 分流(分流比: 30 1)。
进样口温度: 240 $^{\circ}$ C, 采用程序升温方式, 以 45 $^{\circ}$ C 开始, 升温速度为 3 个阶层, 终止温度 230 $^{\circ}$ C, 检测器温度(FID): 250 $^{\circ}$ C。
氢气: 40 mL/min, 空气: 400 mL/min; 尾吹气流量: 30 mL(N_2)。

1.5 定性、定量分析

分别进标样乙醛、乙酸乙酯、甲醇、丁酸乙酯、正丙醇、异丁醇、叔戊醇、戊酸乙酯、庚酸乙酯、乙酸异戊酯、乙酸正戊醇(内标)、异戊醇、己酸乙酯、乳酸乙酯、辛酸乙酯、乙酸、糠醛、丙酸、丁酸、丁二酸二乙酯、2-乙基丁酸、2-苯乙醇、油酸乙酯标准溶液 1 μ L, 测定保留时间。再进酒样 1 μ L, 根据各物质保留时间定性。保留时间法是基于一定操作条件下, 各组分保留时间一定的原理, 是目前气相色谱定性分析中方便、可靠的方法。采用内标法定量, 所谓内标法就是将内标物加入到样品中, 通过待测组分与内标物的峰面积比对浓度比做校正曲线, 从而对未知样品进行定量计算。

2 分析与结果

2.1 风味物质

2.1.1 风味物质的定性

基于保留时间一定的原理, 在 1.4 节的色谱条件下, 经 3 次平行进样测得玉林泉样品的出峰时间(见表 1), 玉林泉 70 %vol 样品的气相色谱图(见图 1)。

2.1.2 不同酒度香味物质定量后的变化分析

用保留时间定性后, 在气相色谱条件和操作过程相同的条

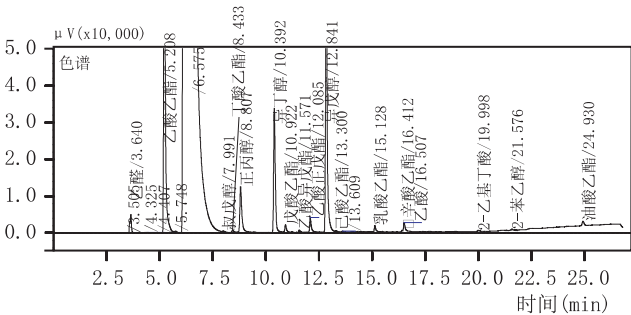


图 1 70 %vol 样品酒气相色谱图

件下, 用内标法测定, 得出玉林泉酒各组分的含量(见表 1)。

由表 1 可知, 乙醛、乙酸乙酯、正丙醇、异丁醇、乙酸异戊醇、异戊醇、辛酸乙酯等随着酒精浓度的升高而增加, 乳酸乙酯、乙酸、糠醛、丁二酸二乙酯随着酒精浓度的升高而含量降低。四大酯中乙酸乙酯占 95 %以上, 丁酸乙醇和己酸乙酯只是在酒精度为 50 %vol 以上时, 才含有极微量的一点, 随着乙酸乙酯和乳酸乙酯的比值增大, 经品尝, 60 %vol 到 70 %vol 之间的酒口感醇香浓厚、甘甜净爽、回味悠长; 50 %vol 以下香味减弱, 微甜欠爽, 酸味逐渐明显, 涩味减弱, 酒度越往下杂味越重。

从分析结果中可以看出, 由于油酸乙酯、棕榈酸乙酯在 30 %vol 左右时含量最高, 所以, 从感官上观察, 酒

表 1 玉林泉酒各组分含量

成 分	保留时间 (min)	酒度 (%vol)						
		10	20	30	40	50	60	70
乙醛	3.622	0.069	0.11	0.16	0.182	0.192	0.243	1.453
乙酸乙酯	5.231	0.035	0.054	0.091	0.160	0.220	0.451	4.079
甲醇	5.445	0.047	0.065	0.069	0.092	0.088	0.101	
叔戊醇	7.991							0.006
丁酸乙酯	8.426				0.007	0.008	0.012	0.024
正丙醇	8.830	0.066	0.108	0.137	0.231	0.244	0.038	0.422
异丁醇	10.465	0.045	0.076	0.097	0.203	0.234	0.330	0.721
戊酸乙酯	10.931				0.004	0.005	0.010	0.039
乙酸异戊酯	11.634			0.009	0.015	0.015	0.017	0.019
乙酸正戊酯(内标)	12.101							
异戊醇	12.883	0.203	0.323	0.414	0.766	0.834	1.123	1.642
己酸乙酯	13.305					0.001	0.002	0.005
庚酸乙酯	14.475	0.003						
乳酸乙酯	15.155	0.613	0.578	0.517	0.481	0.365	0.206	0.052
辛酸乙酯	16.433	0.002		0.002	0.003	0.003	0.004	0.006
乙酸	16.532	3.947	2.952	2.340	1.967	1.266	0.732	0.277
糠醛	16.777	0.032	0.038	0.034	0.028	0.022	0.013	
丙酸	17.693	0.03	0.027	0.02	0.018	0.012	0.008	
丁酸	18.482	0.003	0.003	0.020	0.011	0.007		
丁二酸二乙酯	19.223	0.037	0.036	0.031	0.031	0.018	0.009	
戊酸	19.649	0.001	0.001					
2-乙基丁酸	20.698	0.005	0.006	0.004	0.003	0.004	0.007	0.006
2-苯乙醇	21.585	0.161	0.122	0.102	0.077	0.051	0.026	0.006
油酸乙酯	24.957	0.177	0.341	2.431	0.597	0.326	0.263	0.252

度 40 %vol 和 30 %vol 时,酒体不透明,比较混浊,成乳白色液状。酒体透明度由透明到不透明的顺序依次为: 70 %vol=60 %vol=50 %vol> 20 %vol> 10 %vol> 30 %vol> 40 %vol。

2.2 玉林泉不同酒龄酒的分析

同上,用保留时间定性后,在气相色谱条件和操作过程相同的条件下,用内标法测定在 1.4 色谱条件下,经 3 次平行进样测得玉林泉样品的出峰时间,玉林泉酒 20 年酒龄酒的气相色谱图见图 2,玉林泉不同酒龄段酒

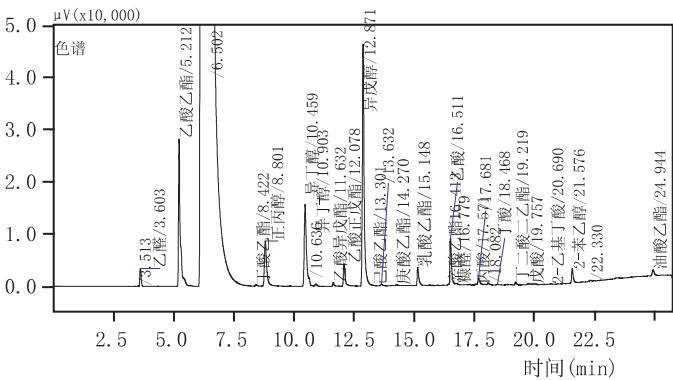


图 2 20 年酒龄色谱图

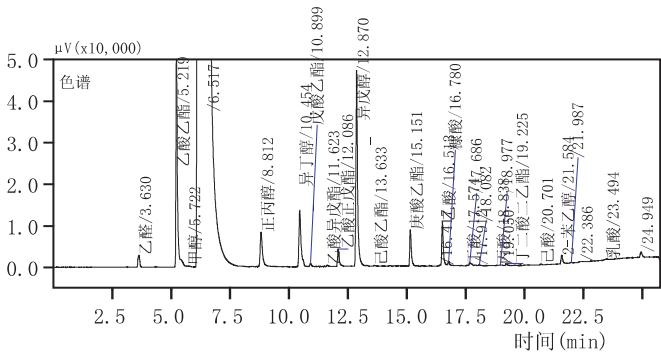


图 3 新酒色谱图

从表 2 中可以看出,乙醛经过长时间的贮存后发生缩合反应并逐渐减少,生成了芳香族乙缩醛,减少了酒的辛辣味,突出了酒的醇甜。在 20 年、10 年、5 年的基酒中,甲醇的含量很低,并且随着贮存老熟期的延长,已被氧化和挥发掉。异丁醇和异戊醇在贮存期间醇、酸接触,发生酯化反应而减少和生成酯类物质,增加酒香及柔和

表 2 玉林泉不同酒龄段的含量及量比关系 (g/L)				
成分名称	1 号	2 号	3 号	4 号
乙醛	0.309	0.314	0.334	0.348
乙酸乙酯	1.186	1.322	1.445	2.003
异丁醇	0.181	0.202	0.284	0.34
戊酸乙酯	0.004	0.009	0.011	0.016
乙酸异戊酯	0.023	0.023	0.026	0.010
乙酸正戊酯(内标)				
异戊醇	0.557	0.638	0.804	0.891
己酸乙酯	0.005	0.006	0.007	0.010
乳酸乙酯	0.142	0.181	0.199	0.284
乙酸	0.607	0.666	0.731	1.244
糠醛	0.008	0.008	0.007	0.026
丁酸	0.102	0.108	0.108	0.175
丁二酸二乙酯	0.017	0.021	0.022	0.014
2-苯乙醇	0.043	0.039	0.041	0.0461
乙酸乙酯/乳酸乙酯	8.35	7.30	7.26	7.05
乙酸乙酯/己酸乙酯	237	220	206	200
乙酸乙酯/乙酸	1.95	1.98	1.98	1.61

注:表 2 中,1 号代表 20 年的陈酿基酒,2 号代表 10 年的基酒,3 号代表 5 年的基酒,4 号代表刚出的新酒。

感。乙酸乙酯和乳酸乙酯的比值、乙酸乙酯和己酸乙酯的比值逐渐降低,乙酸乙酯和乙酸比值增大,酒的质量明显下降。因为,白酒在陈酿过程中,酒体的刺激性物质得以挥发,各种极性分子之间逐渐缔合,各种反应达到平衡,各成分含量更协调,酒体香气更清雅、口感更舒适、风格更突出、质量更上乘;另一方面,通过酒体内长期而缓慢的生化反应,生成了一些新的微量成分,赋予酒体更好的复合香气。经分析后品尝,20 年基酒:清香幽雅,柔绵圆润,清冽甘爽,回味悠长;刚烤的新酒:清香浓厚、甘甜净爽,后味微涩。

3 结论

通过分析,玉林泉白酒的呈香呈味物质主要是以乙酸乙酯为主体香、乳酸乙酯和 2-苯乙醇为辅的芳香族化合物。采用气相色谱分析法,可以快速分析白酒中的呈香、呈味物质,对白酒中的甲醇、杂醇油卫生指标进行监测,为玉林泉在生产过程中基酒的质量控制和主要微量成分的研究起着重要作用,是指导酿酒、勾调车间保证产品质量稳定、获得良好的经济效益的重要措施。●

张裕 2007 年度销售收入达 6.95 亿美元

本刊讯:成都糖酒会前夕,权威的全球调研机构英国 Canadean 公司发布的《2007 年饮料市场研究报告》显示,张裕集团 2007 会计年度的销售收入达 6.95 亿美元,跻身全球葡萄酒业十强。而据国际葡萄酒及烈酒研究机构(IWSR)预测:尽管目前中国葡萄酒市场规模还不小,但具有巨大的增长空间。从 2006 年到 2011 年,中国葡萄酒消费量将取得快速增长,年均增长速度达到 13 %,预计到 2011 年的消费量将达到 11 亿瓶(0.75 升 / 瓶),占亚洲市场的 40 %,比 2006 年翻一倍。(江源)