

低度浓香型白酒活性炭处理条件的响应面优化研究

常丽荣¹ 张宿义^{1,2} 赵金松² 吕 辉¹

(1.四川理工学院,四川 自贡 643000;2.泸州老窖集团,四川 泸州 646000)

摘 要: 对活性炭处理后的酒样进行感官尝评测定,探讨了活性炭型号、用量和处理时间对低度浓香型白酒活性炭处理效果的影响。在单因素基础上,确定活性炭型号为 1#,应用 Central Composite Design 实验和响应面分析法,确定活性炭处理的最佳条件为:1# 活性炭用量为 0.388%,处理时间为 52 h,在该条件下活性炭处理低度浓香型白酒效果最好。

关键词: 浓香型白酒; 活性炭; 低度; 响应面优化

中图分类号:TS262.31;TS261.4

文献标识码:A

文章编号:1001-9286(2011)04-0049-04

Research on the Optimization of Activate Carbon Treatment Conditions of Low-alcohol Luzhou-flavor Liquor by Response Surface Methods

CHANG Li-rong¹, ZHANG Su-yi^{1,2}, ZHAO Jin-song² and LV Hui¹

(1.Sichuan University of Science & Engineering, Zigong,Sichuan 643000; 2. Luzhou Laojiao Co.Ltd, Luzhou, Sichuan 646000, China)

Abstract: The treatment effects of the types, the use level, and the treatment time of active carbon on low-alcohol Luzhou-flavor liquor were investigated through sensory evaluation of the treated liquor samples. Single factor test indicated that 1# active carbon was the best. And the optimum treatment conditions were summed up as follows through central composite design experiments and response surface method: the use level of 1# active carbon was 0.388%, and treatment time was 52 h. Under the above conditions, the liquor had the best treatment effects.

Key words: Luzhou-flavor liquor; activate carbon; low-alcohol; response surface

随着白酒消费观念的改变,中低度白酒越来越受到人们的欢迎。但是在中低度白酒生产、贮存和销售过程中,由于气候温度的变化,特别是在冬季 0℃ 以下容易出现一些絮状沉淀、失光等现象,严重影响了白酒的感官质量。因此,解决低度白酒在低温时出现的这些问题,便成为各白酒生产厂家争相研究的技术难题。

本文主要针对低度浓香型白酒后处理中活性炭的最佳过滤条件进行研究,通过对影响活性炭处理过程中各因素的研究,探索最佳处理条件,为低度浓香型白酒的后处理研究及应用提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 实验器材

试验材料:粉末活性炭(1#、2#、3#);高度基础酒、加浆水,泸州老窖酿酒有限责任公司提供;浓硫酸、氢氧化钠(分析纯),成都五环高欣化学试剂厂。

主要仪器:冰箱(BCD-226ST V),青岛海尔股份有限公司;气相色谱(GC6890N),美国安捷伦科技公司;电

热蒸馏水器(HS.Z68.10),北京市永光明医疗仪器厂。

1.2 分析方法

1.2.1 感官尝评试验

由国家级品酒师对实验酒样进行鉴评,给出各酒样的评定分数。

1.2.2 微量成分的测定

用 GC6890N 型气相色谱,FFAP 柱(60 m)测定各酒样中某些微量成分的含量。

1.2.3 总酸、总酯的测定

参照 GB/T 10345—2007。

1.3 试验设计与处理

本研究采用响应曲面法中心组合设计(CCD),采用 Design expert 7.1 对试验数据处理分析,并进行响应面分析。

2 结果与讨论

2.1 单因素试验结果

不同用量活性炭处理 24 h 前后的酒样和活性炭用

收稿日期:2011-03-17

作者简介:常丽荣(1986-),女,山东威海人,发酵工程硕士研究生,主要从事白酒后处理方面的研究。

通讯作者:张宿义(1971-),男,硕士生导师,国家白酒评委,享受国务院特殊津贴专家,发表论文 30 余篇,E-mail:zhangsy@lzlj.com.cn。

优先数字出版时间:2011-03-25 地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/52.1051.TS.20110325.0929.003.html?uid=>。

表1 不同活性炭用量处理各试验酒样色谱骨架成分含量

(g/L)

项目	38 %vol 活性炭处理前	活性炭用量 0.1 ‰			活性炭用量 0.4 ‰			活性炭用量 0.7 ‰			活性炭用量 1.0 ‰		
		1#	2#	3#	1#	2#	3#	1#	2#	3#	1#	2#	3#
乙酸乙酯	0.795	0.667	0.683	0.653	0.659	0.674	0.646	0.650	0.667	0.640	0.645	0.660	0.635
丁酸乙酯	0.325	0.263	0.285	0.256	0.256	0.273	0.249	0.249	0.262	0.241	0.240	0.256	0.233
己酸乙酯	1.954	1.585	1.617	1.568	1.573	1.605	1.560	1.570	1.592	1.553	1.563	1.585	1.546
乳酸乙酯	0.682	0.507	0.521	0.500	0.500	0.515	0.495	0.498	0.509	0.490	0.490	0.502	0.486
乙酸	0.483	0.473	0.481	0.465	0.469	0.475	0.460	0.465	0.472	0.458	0.462	0.469	0.455
丁酸	0.239	0.235	0.236	0.227	0.231	0.233	2.223	0.227	0.229	2.220	0.223	0.225	0.218
己酸	0.630	0.605	0.624	0.597	0.604	0.619	0.589	0.604	0.614	0.585	0.602	0.610	0.582

注: 以上酒样均处理 24 h。

表2 不同处理时间处理各试验酒样色谱骨架成分含量

(g/L)

项目	38 %vol 活性炭处理前	活性炭处理时间 24 h			活性炭处理时间 48 h			活性炭处理时间 72 h		
		1#	2#	3#	1#	2#	3#	1#	2#	3#
乙酸乙酯	0.795	0.659	0.674	0.646	0.634	0.644	0.625	0.642	0.658	0.633
丁酸乙酯	0.325	0.256	0.273	0.249	0.249	0.262	0.236	0.253	0.268	0.240
己酸乙酯	1.954	1.573	1.605	1.560	1.543	1.568	1.535	1.556	1.582	1.547
乳酸乙酯	0.682	0.500	0.515	0.495	0.490	0.503	0.486	0.493	0.508	0.488
乙酸	0.483	0.469	0.475	0.460	0.462	0.468	0.452	0.465	0.470	0.457
丁酸	0.239	0.231	0.233	2.223	0.223	0.226	0.219	0.226	0.228	0.221
己酸	0.630	0.604	0.619	0.589	0.602	0.615	0.584	0.602	0.617	0.586

注: 以上活性炭用量均为 0.4 ‰。

表3 不同活性炭用量总酸总酯和冷冻试验结果

(g/L)

项目	38 %vol 活性炭处理前	活性炭用量 0.1 ‰			活性炭用量 0.4 ‰			活性炭用量 0.7 ‰			活性炭用量 1.0 ‰		
		1#	2#	3#	1#	2#	3#	1#	2#	3#	1#	2#	3#
总 酸	0.99	0.97	0.98	0.96	0.96	0.96	0.95	0.95	0.96	0.94	0.95	0.97	0.93
总 酯	2.98	2.86	2.94	2.82	2.81	2.89	2.79	2.78	2.84	2.75	2.72	2.78	2.69
冷冻试验结果	浑浊	浑浊	有絮状物出现	有絮状物出现	清亮	稍浑浊	清亮	清亮	清亮	清亮	清亮	清亮	清亮

表4 不同处理时间总酸总酯和冷冻试验结果

(g/L)

项目	38 %vol 活性炭处理前	活性炭处理时间 24 h			活性炭处理时间 48 h			活性炭处理时间 72 h		
		1#	2#	3#	1#	2#	3#	1#	2#	3#
总 酸	0.99	0.96	0.96	0.95	0.95	0.95	0.94	0.96	0.95	0.94
总 酯	2.98	2.81	2.89	2.79	2.74	2.80	2.72	2.79	2.83	2.75
冷冻试验结果	浑浊	清亮	稍浑浊	清亮	清亮	清亮	清亮	清亮	清亮	清亮

量为 0.4 ‰处理不同时间前后的酒样, 部分微量成分含量见表 1 和表 2, 总酸总酯和冷冻试验(-4 ℃)结果见表 3 和表 4。

由表 1 和表 2 的分析结果可以看出, 采用活性炭过滤后, 白酒中微量成分的含量均有所损失, 对白酒的口感有一定的影响。总的来看, 随着活性炭用量和处理时间的增加, 3 种活性炭处理后酒样相比较: 2# 活性炭处理后酒样中的香味成分含量损失最少, 3# 活性炭处理后酒样中的香味成分含量损失最多。当然, 白酒的风格并不是由色谱骨架成分决定的, 而是白酒中各种微量成分相互影响, 共同作用的结果。

由表 1~表 4 的结果可以看出, 白酒用活性炭过滤后的常规理化指标能达到国家标准要求, 但是当活性炭

用量达到 1.0 ‰时, 总酸总酯损失较严重, 3# 活性炭处理后的酒样总酸总酯损失最多; 当活性炭用量不足 0.1 ‰时, 处理后的酒样在低温时, 容易出现浑浊, 甚至出现絮状悬浮物, 2# 活性炭处理后的酒样此现象尤为严重。

为了检验活性炭处理后对白酒风味的影响情况, 特请国家级品酒师对各酒样进行鉴评, 综合给出各酒样的评定分数, 将各酒样感官尝评得分进行对比, 结果见图 1。

由图 1 可以看出, 活性炭过滤后白酒的感官质量都有所提高, 且在活性炭相同用量和处理时间相同的情况下, 1# 活性炭处理后的酒样的感官尝评得分较 2# 和 3# 的好。同时, 随着活性炭用量和时间的改变, 感官尝评结果也不同, 说明活性炭用量和处理时间对白酒的感官质

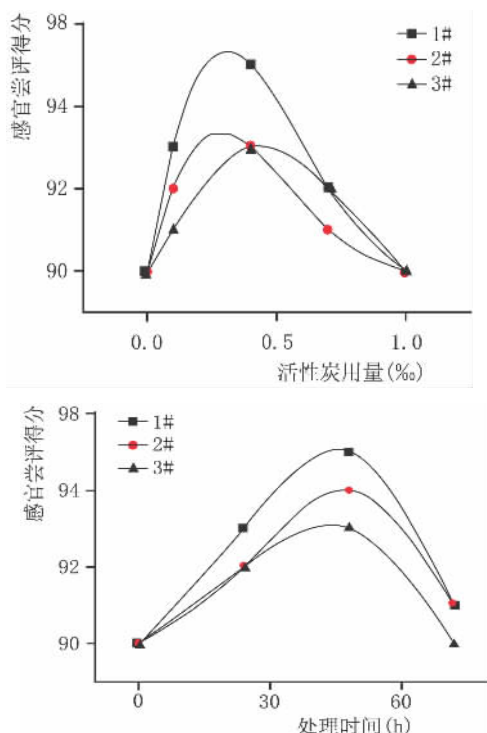


图1 感官尝评得分对比

量影响较大。

综合理化分析、冷冻试验和感官尝评结果,选择 1# 为最佳活性炭型号,活性炭的适宜用量范围为 0.1‰~0.7‰,活性炭的适宜处理时间范围为 24~72 h。

2.2 响应面优化活性炭处理条件

在单因素基础上,选择 1# 活性炭,并对活性炭处理浓香型白酒影响较大的另外两个因素:活性炭用量和处理时间,应用 Central Composite Design 实验和响应面分析法进行试验设计。

采用响应曲面中心组合设计,以活性炭用量、处理时间为自变量,以感官尝评得分为指标,设计了 2 因素 5 水平共计 13 个试验点的试验方案,因子编码及水平设计见表 5,试验方案及结果见表 6,回归分析结果见表 7。

表5 响应面分析因素与水平

水平	A 活性炭用量 (%)	B 活性炭处理时间 (h)
1.414	0.700	72
1	0.612	65
0	0.400	48
-1	0.188	31
-1.414	0.100	24

以感官尝评得分为响应值,利用 Design Expert 软件对表 6 数据进行回归分析,得回归模型:

$$Y = 94.2 + 0.43X_2 - X_1X_2 - 1.91X_1^2 - 1.16X_2^2$$

由表 7 可知,上述回归方程描述各因子与响应值之间的关系时,其因变量和全体自变量之间的关系显著 ($R^2=0.9492$),方程 $Pr>F$,且小于 0.01,所以该方程是显

表6 响应面分析方案及试验结果

序号	活性炭用量 (%)	处理时间 (h)	感官尝评得分
1	1	1	91
2	1	-1	92
3	-1	1	93
4	-1	-1	90
5	1.414	0	90
6	-1.414	0	90
7	0	1.414	92
8	0	-1.414	91
9	0	0	94
10	0	0	94
11	0	0	95
12	0	0	94
13	0	0	94

表7 回归分析结果

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	Pr>F	显著性
A 用量	0.000	1	0.000	0.000	1.0000	
B 处理时间	1.46	1	1.46	5.18	0.0569	
AB	4.00	1	4.00	14.23	0.0070	**
A ²	25.44	1	25.44	90.51	<0.0001	**
B ²	9.40	1	9.40	33.44	0.0070	**
Model	36.80	5	7.36	26.18	0.0002	significant
Residual	1.97	7	0.28			
Lack of Fit	1.17	3	0.39	1.95	0.2640	not significant
Pure Error	0.80	4	0.20			
Cor Total	38.77	12				

注:“**”代表极显著。

著的。若 $P<0.05$,影响是显著的;若 $P<0.01$,影响是极其显著的,则表 7 中,AB、A²、B² 项的影响是极其显著的。方差分析结果显示,该模型的 $R^2=0.9492$, $R_{Adj}=0.913$,说明该模型与实验值拟合较好,可以较好地描述各因素与响应值之间的真实关系。回归方程的各项方差结果表明,一次项对响应值影响不显著,二次项对响应值的影响是显著的,因此各试验因子对响应值的影响不是简单的线性关系。所以,可以利用该回归方程来确定 1# 活性炭处理低度浓香型白酒的最优条件。根据回归方程作出该响应面分析图和等高线图,分别见图 2 和图 3。

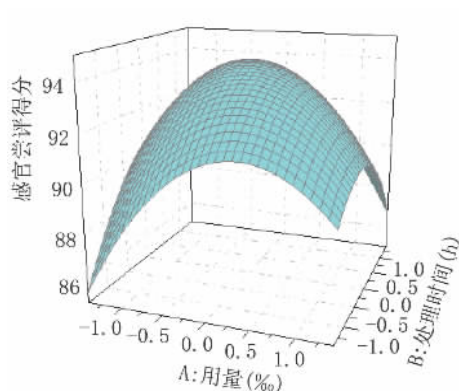


图2 活性炭用量和处理时间对感官尝评结果的响应面图

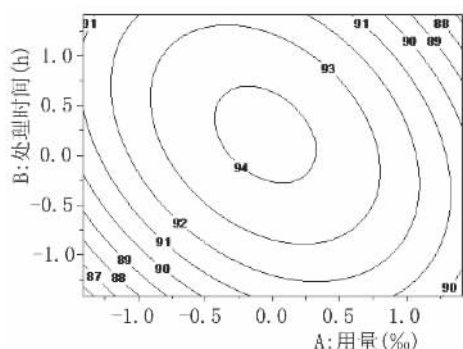


图3 活性炭用量和处理时间对感官尝评结果的等高线图

从图2可以看出,感官尝评得分随活性炭用量和处理时间呈先升高后降低的趋势,说明各交互因子均有一个最佳编码组合使Y(感官尝评得分)达到最高。为了进一步确证最佳点的取值,对回归方程取一阶偏导等于零,解方程组得 $X_1 = -0.055$, $X_2 = 0.21$ 。带入变换公式即得活性炭用量为0.388%,处理时间为52h。

试验结果表明,由于以上组合未包含在所设计的RSA的13个试验中,为了进一步确认计算结果,按最佳条件进行了验证性试验。己酸乙酯及总酸总酯的含量均

符合国家标准, -4°C 低温冷冻下也未出现浑浊或沉淀,进一步证实了分析的可靠性。

3 结论

3.1 经活性炭处理后的酒样,白酒中的微量成分含量均有损失,对白酒的风格和档次有一定的影响,但白酒的风格不是由色谱骨架成分决定的,可通过感官尝评来检验活性炭处理对酒样风格的影响程度。

3.2 通过单因素试验发现:当活性炭用量小于0.1%时,处理后的低度浓香型酒样易出现浑浊甚至絮状物;当活性炭用量达到1.0%时,处理后的低度浓香型酒样总酸总酯损失较严重。

3.3 探讨了活性炭型号、用量和处理时间对活性炭处理低度浓香型白酒的影响,结果表明,活性炭型号、用量和处理时间对活性炭处理低度浓香型白酒影响较大。

3.4 在单因素基础上,确定了活性炭的最佳型号,并应用CCD中心组合设计和响应面分析法,确定了活性炭处理低度浓香型白酒最佳条件,使得处理后的酒样感官尝评得分最好。●

(上接第48页)

- [2] 陈昌贵.北方浓香型白酒生产和川酒工艺的差别[J].酿酒科技,1998,(1):83.
- [3] 谢玉球,谢旭.浓香型白酒“淡雅”与“浓郁”流派的差异分析[J].酿酒,2007,(5):99-101.
- [4] 周恒刚.评“北方浓香型白酒生产与川酒工艺的差异”与补充[J].酿酒科技,1999,(1):83.
- [5] 喻升明.翻沙回菌泥,提高窖帽酒质[J].酿酒科技,1996,(4):30.
- [6] 曾凡君,刘大昌,廖相碧,等.生产强化糟酒移位发酵新工艺[J].酿酒,2000,(5):77-78.
- [7] 宋顺达.食品标准大全[M].沈阳:辽宁大学出版社,1992.48-85.
- [8] 唐柯,彭娟.浅谈黄水综合运用[J].酿酒科技,1996,(2):37-38.
- [9] 李继德.浅谈有机酸的作用与应用[J].酿酒科技,2000,(6):47-48.
- [10] 罗惠波,张宿义,卢中明.浓香型白酒黄水的应用探索[J].酿酒科技,2004,(1):40-41.
- [11] 四川省泸州曲酒厂.泸型酒酿酒技工必读(中级)[M].成都:四川科学技术出版社,1988.
- [12] 沈怡方.白酒生产技术大全[M].北京:中国轻工业出版社,1998.
- [13] 李大和.白酒酿造工教程[M].北京:中国轻工业出版社,2006.

第二届中国酒业高峰论坛召开

本刊讯 据《中国酒业新闻网》报道,3月23日,由中国酿酒工业协会主办的“资本影响力——第二届中国酒业高峰论坛暨年度颁奖盛典”在四川成都城市名人酒店隆重举行,论坛受到各界人士的广泛关注。著名经济学家巴曙松、中国酿酒工业协会理事长王延才在论坛上发表了精彩演讲。来自国内酿酒业生产商、经销商、媒体代表近500人参加了本次论坛。“资本影响力”论坛以“资本影响酒业”为主题展开了热烈的讨论。会上还将颁发“2010年度资本影响力奖”、“2010年度品牌影响力奖”和“2010年度行业渠道影响力奖”三项年度大奖。

中国酿酒工业协会理事长王延才在论坛上做的《鼓励酒业和资本的有机融合,促进中国酿酒产业结构调整》的主题报告,介绍了中国酿酒业2010年的经济运行形势、中国酿酒业与资本融合的总体状况以及“十二五”期间的酿酒产业结构调整方向。著名经济学家巴曙松围绕着“资本影响未来”所做的演讲,观点突出,意义深刻,得到了观众的一致认可。此外,杏花村汾酒集团、王朝葡萄酒、四川水井坊、酒鬼酒等企业的领导人则分别结合企业自身,向与会者介绍了酿酒企业利用资本提高核心竞争力的宝贵经验,得到了与会者的普遍好评。(吕俊岐文 小小荐)

来源:中国酒业新闻网 2011-3-24