

特香型酒窖泥配方的研究

黄小晖 吴生文 曾婷婷 肖美兰 章肇敏

(四特酒有限责任公司技术中心,江西 樟树 331200)

摘要: 以大曲粉、豆饼粉、磷酸二氢钾、乙酸钠、硫酸镁、酒尾、菌液、尿素、藕塘泥为考察因素,采用正交实验设计 $L_{32}(4^9)$ 进行优化设计,研究特香型酒窖泥配方。结果表明,窖泥的最佳配方以耕织土为基础料,添加大曲粉 1.5%、豆饼 1.5%、磷酸二氢钾 0.1%、乙酸钠 0.7%、尿素 0.1%、硫酸镁 0.02%、菌液 12%、酒尾 2%、藕塘泥 12%;生产实践表明,酒中己酸乙酯和己酸含量都有较为显著提高,乳酸乙酯有所降低,产生了较好的效果。

关键词: 特香型白酒; 人工窖泥; 配方

中图分类号: TS262.3; TS261.4

文献标识码: B

文章编号: 1001-9286(2010)08-0050-04

Research on Pit Mud Formula of Site-flavour Liquor

HUANG Xiao-hui, WU Sheng-wen, ZENG Ting-ting, XIAO Mei-lan and ZHANG Zhao-min

(Technical Center of Site Liquor Co. Ltd., Zhangshu, Jiangxi 331200, China)

Abstract: In order to study pit mud formula of Site-flavor liquor, orthogonal experiments $L_{32}(4^9)$ was carried out with Daqu powder, soybean meal, KH_2PO_4 , sodium acetate, magnesium sulfate, end liquor, bacteria liquid, carbamide and pond mud as experimental factors. The optimum formula of pit mud was finally determined as follows: cultivation soil used as base material, then addition of Daqu powder 1.5%, soybean meal 1.5%, KH_2PO_4 0.1%, sodium acetate 0.7%, magnesium sulfate 0.02%, carbamide 0.1%, bacteria liquid 12%, end liquor 2%, and pond mud 12%. The production practice showed that the content of ethyl caproate and caproic acid increased evidently and the content of ethyl lactate dropped in pit mud.

Key words: Site-flavour liquor; man-made pit mud; formula

窖泥是提高白酒质量的根本所在。白酒生产素有“千年窖泥万年糟”,以窖养糟,以糟养窖等说法,由此可以看出泥窖、窖泥对白酒生产的重要性。窖泥作为功能微生物的载体吸附着数量繁多的微生物,在多种微生物的共同作用下,才产生了多种香味成分^[1]。

近年来,各大中型酒厂都在致力于研究人工窖泥的培养研究,并根据自己的生产实践总结了老化窖泥和成熟窖泥的形成机理,以及如何改进人工窖泥应用于浓香型大曲酒中的思路作了大胆的探索^[2]。

江西四特酒有限责任公司作为我国“特香型”白酒的代表,以“清香醇纯,回味无穷,酒中佳品,味道独特”而闻名。窖泥的培养方面的报道很多,但多集中在浓香型白酒的相关研究方面,且配料比很少涉及,特香型的人工窖泥的研究未见报道,本文采用正交实验设计 $L_{32}(4^9)$ 进行优化设计,得到了较为合理的窖泥配方,旨在培养出适合特香型白酒用人工窖泥。

1 材料与方法

1.1 实验材料

收稿日期:2009-05-31

作者简介:黄小晖(1982-),男,硕士,江西省评酒委员,现从事白酒及其他发酵产品生产过程中相关微生物研究,发表论文数篇。

牛肉膏蛋白胨培养基,孟加拉红培养基,麦氏培养基,混和菌液(己酸菌、丙酸菌、酵母菌(2:1:1)),耕织土,岩土,黄土,藕塘泥,大曲粉,豆饼粉,磷酸二氢钾,尿素,乙酸钠,硫酸镁,酒尾(不超过 30%vol)。

1.2 泥土的优选

用工具将耕织土、岩土、黄土 3 种土样粉碎,取洁净的培养皿盖作为实验的容器,皿盖上按方案做好标记,按表 1 进行试验,每个试验号做一个重复。在电子天平上称好相应的土样(100%=100 g),倒入较大的容器内,边搅拌边加入 100 mL 自来水,将土样和匀后,转入相应编号的培养皿盖内,压紧推平,使表面光滑无气泡或裂痕。将制好的样品放入恒温箱中,30℃培养 20~24 h,观察样品表面并做好记录。泥土的配比比例见表 1。

表 1 泥土的配比比例

土样	试验号						
	1 号	2 号	3 号	4 号	5 号	6 号	7 号
耕织土(%)	100	0	0	50	50	0	33.3
岩土(%)	0	100	0	50	0	50	33.3
黄土(%)	0	0	100	0	50	50	33.3

1.3 窖泥培养方法

1.3.1 和泥操作

将黄粘土曝晒后,打碎过筛成细小颗粒状,据发酵的体积大小,先将固体即大曲粉、豆饼与耕织土、藕塘泥混合物混合,将料堆先一分为二,再合二为一,翻拌均匀备用,将磷酸二氢钾、乙酸钠、硫酸镁溶解混合后,加入固体材料中,随后加酒尾,混合菌液,待液体浸渍完后,人工拌匀。要求材料表面油滑、无颗粒状,窖泥中间高于四周成山丘状,水分适中。材料入池要迅速,防止过多接触空气。入池条件:水分45%~50%,温度25~30℃,发酵周期40 d。

1.3.2 窖泥配方

耕织土100%,藕塘泥8%~14%,大曲粉1.5%~3%,豆饼0.5%~2%,磷酸二氢钾0.05%~0.2%,NaAC 0.5%~0.8%,硫酸镁0.01%~0.04%,功能菌液6%~12%,酒尾(15%vol~30%vol)2%~5%。每个试验用耕织土5 kg,须做重复对照。

1.3.3 注意事项

①菌液要在最后泼洒;②和好的窖泥在进行试验前温度要保持在(28±1.5)℃;③所有配料均要泼洒均匀;④藕塘泥选择无污染富含甲烷菌的藕塘泥为佳。

1.4 窖泥最佳配方的确定

选择大曲粉、豆饼、藕塘泥、磷酸二氢钾、乙酸钠、硫酸镁、菌液、酒尾作为影响因素,以霉菌、酵母菌、细菌为指标,进行正交实验,窖泥水平因素设计表见表2。

1.5 微生物数量测定

取一定量的窖泥土壤,称取1 g,置于100 mL 无菌

表2 窖泥水平因素设计表

因素	水平1	水平2	水平3	水平4
A(大曲粉,%)	1.50	2	2.50	3
B(豆饼,%)	0.50	1	1.50	2
C(磷酸二氢钾,%)	0.05	0.10	0.15	0.20
D(乙酸钠,%)	0.50	0.60	0.70	0.80
E(尿素,%)	0.1	0.15	0.20	0.25
F(硫酸镁,%)	0.01	0.02	0.03	0.04
G(菌液,%)	6	8	10	12
H(酒尾,%)	2	3	4	5
I(藕塘泥,%)	8	10	12	14

水中,充分振荡,取上清液,就得到土壤浸出液。然后做梯度稀释,取一定稀释度的溶液,涂平板,培养后计算菌落数。培养细菌、霉菌和酵母菌分别采用牛肉膏蛋白胨培养基,孟加拉红培养基,麦氏培养基。

2 结果与分析

2.1 泥土的最佳配比

样品放置20 h后,观察发现样品表面干燥并出现裂纹,现将裂纹出现的程度进行测定,结果见图1。

从图1可以看出,1号实验土样没有裂纹,其他实验土样都出现不同程度的裂纹,因此选择1号实验土样为窖泥用土,即100%耕织土。

2.2 窖泥培养的最佳配方

人工窖泥的评价目前并没有一个系统完善的标准,各名酒厂多以感官评定为主,感官指标以窖泥的色泽、气味及手感为主,而对理化指标则不太重视^[3]。然而,窖泥的色泽和气味的形成和微生物代谢中产生的一些色素及某些带有特殊香气的酯类或芳香族化合物有很大的关

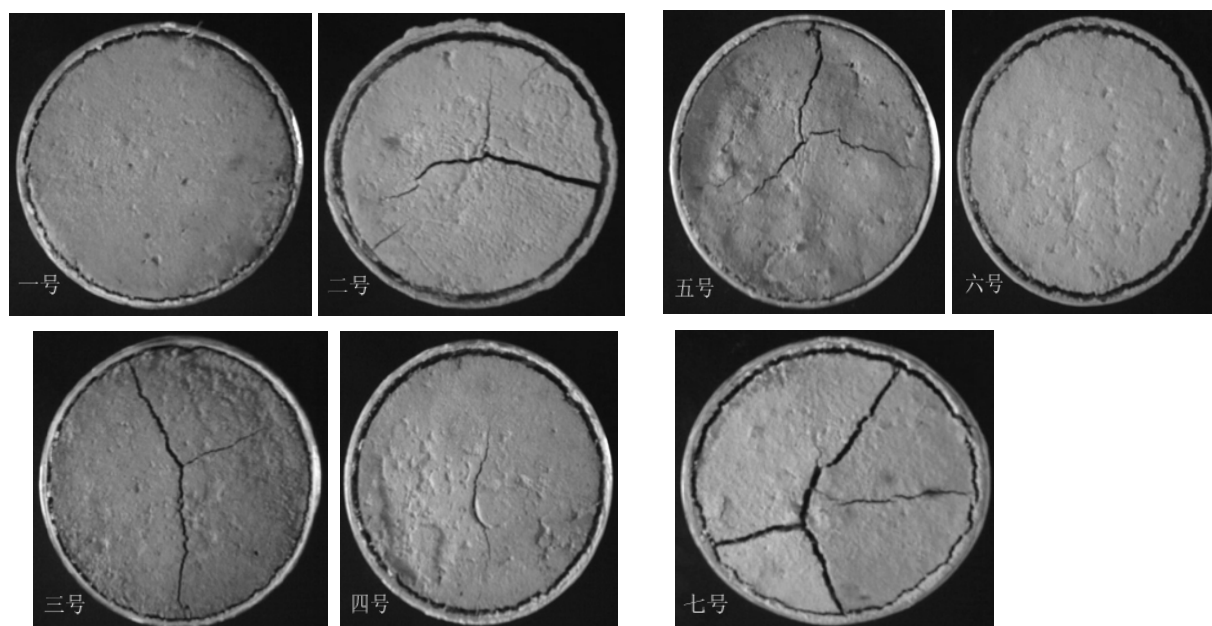


图1 土样开裂情况图

系,因此窖泥中微生物的数量可以间接反应窖泥的质量。按表 2 所示的方法进行试验,实验结果见表 3~表 6。

由表 3 的极差分析可知,对酵母菌数的影响因素依次是:豆饼>藕塘泥>乙酸钠>尿素>酒尾>大曲粉>磷酸二氢钾>菌液>硫酸镁。由表 3 中的极差可知,对霉

菌数的影响因素依次是:磷酸二氢钾>藕塘泥>酒尾>豆饼>尿素>乙酸钠>大曲粉>菌液>硫酸镁,霉菌数的最佳工艺为: $A_3B_4C_2D_4E_3F_1G_1H_1I_3$ 。

由表 4 可知,豆饼粉对酵母菌数影响显著,其他因素都不显著。酵母菌的最佳工艺为: $A_1B_3C_4D_3E_1F_4G_2H_1I_3$ 。由

表 3 正交实验设计与结果分析

处理号	大曲粉 (A)	豆饼 (B)	磷酸二氢钾 (C)	乙酸钠 (D)	尿素 (E)	硫酸镁 (F)	菌液 (G)	酒尾 (H)	藕塘泥 (I)	酵母菌数 ($\times 10^4$ 个/g)	细菌数 ($\times 10^6$ 个/g)	霉菌数 ($\times 10^6$ 个/g)
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1.75	22.5	0.32
2	1	2	2	2	2	2	2	2	2	9	11.5	0.2
3	1	3	3	3	3	3	3	3	3	35	20	0.5
4	1	4	4	4	4	4	4	4	4	26	32	1
5	2	1	1	2	2	3	3	4	4	0.62	18.5	0.055
6	2	2	2	1	1	4	4	3	3	11.1	4	1
7	2	3	3	4	4	1	1	2	2	6.45	12	0.5
8	2	4	4	3	3	2	2	1	1	9	22.5	0.5
9	3	1	2	3	4	1	2	3	4	9	8.5	1
10	3	2	1	4	3	2	1	4	3	7	10	0.5
11	3	3	4	1	2	3	4	1	2	9	1.9	0.1
12	3	4	3	2	1	4	3	2	1	8.1	1.15	0.1
13	4	1	2	4	3	3	4	2	1	7.5	6.5	0.5
14	4	2	1	3	4	4	3	1	2	2	0.625	0.045
15	4	3	4	2	1	1	2	4	3	42.5	1.6	0.185
16	4	4	3	1	2	2	1	3	4	5	2.5	0.15
17	1	1	4	1	4	2	3	2	3	8	2	0.5
18	1	2	3	2	3	1	4	1	4	12.5	3.5	0.5
19	1	3	2	3	2	4	1	4	1	27.5	12.5	0.45
20	1	4	1	4	1	3	2	3	2	12.5	1.5	1.5
21	2	1	4	2	3	4	1	3	2	5.5	1	1
22	2	2	3	1	4	3	2	4	1	4	1	0.5
23	2	3	2	4	1	2	3	1	4	25	8	2
24	2	4	1	3	2	1	4	2	3	27.5	26	1
25	3	1	3	3	1	2	4	4	2	6.5	22.5	1
26	3	2	4	4	2	1	3	3	1	2.6	3.35	0.1
27	3	3	1	1	3	4	2	2	4	35	30	0.3
28	3	4	2	2	4	3	1	1	3	17.5	14	4
29	4	1	3	4	2	4	2	1	3	7	6	1.5
30	4	2	4	3	1	3	1	2	4	22.5	0.65	0.325
31	4	3	1	2	4	2	4	3	1	17.5	8	0.5
32	4	4	2	1	3	1	3	4	2	12	0.365	0.545
K1	16.531	5.734	12.984	10.731	16.244	14.287	11.650	10.469	9.744	酵母菌数极差分析		
K2	11.146	8.838	14.825	14.152	11.027	10.875	16.000	15.506	7.869			
K3	11.838	24.744	10.569	17.375	15.438	13.578	11.665	12.275	19.450			
K4	14.500	14.700	15.637	11.756	11.306	15.275	14.700	15.765	16.953			
极差	5.385	19.010	5.068	6.644	5.217	4.400	4.350	5.296	11.581	细菌数极差分析		
K1	13.188	10.938	14.641	8.033	7.737	9.727	9.394	9.878	9.688			
K2	11.625	4.328	8.171	7.406	10.281	10.875	10.325	11.225	6.424			
K3	11.425	11.750	8.581	14.159	11.733	8.006	6.749	6.106	10.450			
K4	3.280	12.502	8.125	9.919	9.766	10.909	13.050	12.308	12.956	霉菌数极差分析		
极差	9.908	8.174	6.516	6.753	3.996	2.903	6.301	6.202	6.532			
K1	0.621	0.734	0.527	0.427	0.804	0.519	0.906	1.121	0.371			
K2	0.819	0.396	1.212	0.818	0.444	0.669	0.711	0.428	0.611			
K3	0.887	0.567	0.594	0.603	0.543	0.935	0.481	0.719	1.148			
K4	0.469	1.099	0.464	0.950	1.006	0.674	0.700	0.529	0.666			
极差	0.418	0.703	0.748	0.523	0.562	0.416	0.425	0.693	0.777			

表4 酵母菌数方差结果分析表

因素	偏差平方和	自由度	F比	F临界值	显著性
大曲粉	147.940	3	0.387	2.960	*
豆饼	1679.323	3	4.393	2.960	
磷酸二氢钾	121.466	3	0.318	2.960	
乙酸钠	209.184	3	0.547	2.960	
尿素	177.662	3	0.465	2.960	
硫酸镁	85.339	3	0.223	2.960	
菌液	115.837	3	0.303	2.960	
酒尾	158.754	3	0.415	2.960	
藕塘泥	745.141	3	1.949	2.960	
误差	3440.65	27			

表5 细菌数方差分析结果

因素	偏差平方和	自由度	F比	F临界值	显著性
大曲粉	479.453	3	2.264	2.960	
豆饼	338.502	3	1.599	2.960	
磷酸二氢钾	242.818	3	1.147	2.960	
乙酸钠	222.759	3	1.052	2.960	
尿素	65.588	3	0.310	2.960	
硫酸镁	44.672	3	0.211	2.960	
菌液	162.305	3	0.766	2.960	
酒尾	175.568	3	0.829	2.960	
藕塘泥	174.167	3	0.822	2.960	
误差	1905.83	27			

表6 霉菌数方差分析结果

因素	偏差平方和	自由度	F比	F临界值	显著性
大曲粉	0.873	3	0.525	2.960	
豆饼	2.165	3	1.301	2.960	
磷酸二氢钾	2.871	3	1.726	2.960	
乙酸钠	1.283	3	0.771	2.960	
尿素	1.553	3	0.934	2.960	
硫酸镁	0.718	3	0.432	2.960	
菌液	0.724	3	0.435	2.960	
酒尾	2.242	3	1.348	2.960	
藕塘泥	2.543	3	1.529	2.960	
误差	14.97	27			

极差可知,对细菌数的影响因素依次是:大曲粉>豆饼>磷酸二氢钾>乙酸钠>酒尾>藕塘泥>菌液>尿素>硫

酸镁,细菌数的最佳工艺为: $A_1B_4C_1D_3E_3F_4G_4H_4I_4$ 。

正交试验中因素差异显著,表明该因素在实验中对数据具有显著的影响,反之则没有显著的影响。对于差异不显著的因素,可从经济的角度考虑选择用量。综合考虑,可得出窖泥生产工艺的最佳条件为: $A_1B_3C_2D_3E_1F_2G_4H_1I_3$,即大曲粉1.5%,豆饼1.5%,磷酸二氢钾0.1%,乙酸钠0.7%,尿素0.1%,硫酸镁0.02%,菌液12%,酒尾2%,藕塘泥12%。

2.3 窖泥的应用结果分析

将上述配方运用至实际生产,其他生产工艺均按四特酒生产工艺标准执行。发酵结束后,分段取酒样分析,结果见表7。

从表7中可以看出,窖泥应用后,酒基的风味物质发生了较大的变化。己酸乙酯和己酸含量变化较为显著,都有大幅度的提高;己酸乙酯较同时期的窖平均提高3.41倍,达到0.433 g/L,其中增长最快的是第3甌,增加了5.72倍,增长最慢的是第4甌,增加了2.45倍;己酸乙酯较上一轮次也有较大的提高,平均提高了1.94倍,提高最快的也是第3甌;在以往窖池中,己酸含量在丢糟中含量最大,达0.12 g/L左右,而在踩糟及原料糟中,其含量只有0.025~0.069 g/L;实验窖池中,各层糟醅中己酸含量都在0.11 g/L以上,最高达0.191 g/L,较以往有了较大提高。

其余各酯均变化不大,乙酸乙酯和丁酸乙酯变化不明显,丙酸乙酯有下降的趋势,其中乳酸乙酯较上一轮和同期其他窖略有降低。在其余4种酸中,乙酸和丙酸有下降的趋势,丁酸略有上升,乳酸在第1和第4甌中有所提高,在第2和第3甌中有下降趋势。

3 结论

以大曲粉、豆饼粉、磷酸二氢钾、乙酸钠、硫酸镁、酒尾、菌液、尿素、藕塘泥为考察因素,采用正交实验设计

表7 实验窖与同窖上一轮和同期其他窖发酵结束后酒样中五大酸酯的比较

酒样	乙酸乙酯	丙酸乙酯	丁酸乙酯	己酸乙酯	乳酸乙酯	乙酸	丙酸	丁酸	己酸	乳酸
实验窖 1#	3.193	0.052	0.807	0.426	2.452	0.689	0.167	0.174	0.191	0.093
同期窖 1#	3.7	0.084	0.8	0.105	2.484	0.848	0.172	0.127	0.056	0.07
上一轮 1#	3.089	0.056	0.856	0.201	2.569	0.795	0.189	0.178	0.069	0.072
实验窖 2#	1.4	0.021	0.228	0.338	2.659	0.515	0.13	0.083	0.11	0.06
同期窖 2#	1.49	0.021	0.202	0.057	3.038	0.611	0.13	0.047	0.025	0.068
上一轮 2#	1.236	0.023	0.236	0.109	2.896	0.654	0.132	0.082	0.026	0.062
实验窖 3#	1.311	0.023	0.095	0.363	2.889	0.566	0.131	0.079	0.132	0.075
同期窖 3#	1.313	0.017	0.063	0.054	3.805	0.633	0.149	0.058	0.049	0.101
上一轮 3#	1.025	0.025	0.0748	0.082	2.968	0.698	0.135	0.073	0.045	0.121
实验窖 4#	0.74	0.012	0.136	0.608	1.787	0.729	0.195	0.292	1.266	0.085
同期窖 4#	1.012	0.024	0.122	0.176	1.858	0.857	0.158	0.074	0.120	0.083
上一轮 4#	0.985	0.013	0.156	0.198	1.985	0.856	0.196	0.256	0.156	0.078

注:1#表示第1甌酒基;2#表示第2甌酒基;3#表示第3甌酒基;4#表示第4甌酒基。

(下转第56页)

空白试验。

1.3.2 冷凝回流法

称取风干土样 0.1~0.3 g, 放入 250 mL 磨口锥形瓶中, 用滴定管准确加入重铬酸钾硫酸溶液 10.00 mL, 放置于带有冷凝回流装置的电炉上, 冷凝回流 2 h, 冷却后, 加入 30 mL 左右的水并加入 2~3 滴邻菲罗啉亚铁指示剂, 用 0.2 mol/L 硫酸亚铁铵标准溶液滴定。颜色由橙红变绿, 最后成为灰紫色为终点。同时做空白试验。

2 结果与分析

对两种检测方法的结果进行比较分析, 结果见表 1。

对 10 个样品进行测量, 10 次测定结果, 均值标准偏差见表 1。试验表明, 两种方法测定的结果无显著差异。

与油浴法相比, 测定精确度相应提高, 而且操作简单, 相对经济。

3 结论

实验表明, 采用以上两种方法检测土样, 测定结果无显著差异, 对于窖泥中的腐殖质, 可以不进行油浴法测

表 1 两种试验结果的比较

测定序号	油浴法	冷凝回流法
1	6.25	6.26
2	6.27	6.25
3	6.18	6.15
4	7.80	7.90
5	6.10	5.90
6	7.00	6.90
7	6.40	6.50
8	6.00	6.10
9	6.58	6.60
10	5.78	5.80
均值	6.44	6.44
标准偏差	0.58	0.61

定, 采用冷凝回流法, 不仅操作简单, 而且具有很高的经济效益, 该方法为腐殖质的检测开辟了一条新途径。

参考文献:

- [1] 沈怡方. 白酒生产技术全书[M]. 北京: 轻工业出版社, 1998.
- [2] 李大和. 白酒生产问答[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1999.

$L_{32}(4^9)$ 进行优化设计, 对特香型酒窖泥配方进行研究。实验结果表明, 窖泥的最佳配方以耕织土为基础料, 加大曲粉 1.5%、豆饼 1.5%、磷酸二氢钾 0.1%、乙酸钠 0.7%、尿素 0.1%、硫酸镁 0.02%、菌液 12%、酒尾 2%、藕塘泥 12%; 该窖泥配方条件下实际生产结果表明, 己酸乙酯和己酸含量都有较为显著的提高, 乳酸乙酯有所降低, 产生了较好的效果。

(上接第 53 页)

呈现出晶莹清澈的微黄色, 因此对其色泽的描述应是“清亮(或微黄)透明”。

2.2 香气的鉴赏

凤兼幽雅复合型西凤酒的香气是以长期贮存老熟的西凤酒陈酒复合香气为主, 香气丰富谐调, 融合自然, 各种香气隐约释放, 既有层次感, 又浑然一体, 赋予了西凤酒高雅、华贵的气质。

2.3 口味的鉴赏

凤兼幽雅西凤酒是复合型白酒, 醇香幽雅, 诸味谐调是其高品质的象征, 各种香味成分缔合的恰到好处, 协调性和一致性都由然而生, 达到了香韵和味韵的有效组合。启瓶后香气氤氲四溢, 饮用后香气顺势而上, 集中而不散漫, 给饮酒者一种怡雅和婉丽之感。

2.4 风格的鉴别

参考文献:

- [1] 周恒刚. 80 年代己酸菌及窖泥培养回顾[J]. 酿酒科技, 1997, (4): 17-20.
- [2] 谭崇尧, 时卫平, 胡维福, 等. 人工老窖泥在枝江大曲酒生产中的应用[J]. 酿酒科技, 2002, (6): 53-54.
- [3] 李安陵. 人工窖泥的培养与使用[J]. 酿酒, 2007, 34(2): 114-115.

(上接第 54 页)

凤兼幽雅复合型西凤酒勾兑调味完成后, 需要再经过至少一个月的贮存。贮存的目的是为了保证产品成型后的风格和典型性得以充分稳定, 是在勾兑过程中采取的促使白酒品质不断提升、口感更加细腻的一项特定技术手段, 从而使该款产品更具备其固有的风格和特性。

3 结束语

凤兼幽雅复合型西凤酒的研发, 突破了白酒单香型的局限性, 是白酒领域与时俱进的一次大胆探索, 是对白酒酿造工艺和勾兑调味技术在科学总结基础上的一次发扬光大。其风格典型、个性突出, 以无与伦比的品质, 不可复制的口感, 为西凤酒开拓了更为广阔的市场, 为我国白酒的发展起到了积极的推动作用。●