

葡萄酒冷冻浓缩技术的研究及应用

张春娅¹, 张 军¹, 王树生¹, 张美玲¹, 高年发²

(1.中法合营王朝葡萄酒有限公司, 天津 300402; 2.天津科技大学生物工程学院, 天津 300450)

摘 要: 通过对葡萄酒进行冷冻分离试验, 结果发现, 酒精和还原糖比较易于利用冷冻法, 在液相中进行浓缩分离; 液相部分的浓度和得率与冷冻分离时的温度有关, 与冷冻方法无关。通过冷冻浓缩技术改善了干白葡萄酒的品质。

关键词: 葡萄酒; 冷冻; 浓缩; 分离

中图分类号: TS262.6; TS261.4 文献标识码: B 文章编号: 1001- 9286(2007) 02- 0055- 03

Research on and Application of Freeze Concentration Technique of Grape Wine

ZHANG Chun-ya¹, ZHANG Jun¹, WANG Shu-sheng¹, ZHANG Mei-ling¹ and GAO Nian-fa²

(1.Sino-French Joint-venture Dynasty Winery Ltd.Co., Tianjin 300402, China; 2.Bioengineering College of Tianjin University of Science and Technology, Tianjin 300450, China)

Abstract: Freeze separation experiments of grape wine were done. The results showed that it was easier to separated reducing sugar and alcohol by freeze separation than other compositions from grape wine, and the concentration and the recovery rate of liquid-phase were related to freeze separation temperature and not related to freeze methods. The quality of dry white grape wine could be improved by the use of freeze concentration.

Key words: grape wine; freeze; concentration; separation

国外对果汁、果酒、啤酒、食醋、咖啡等的冷冻法浓缩技术进行了大量研究, 在开发高品质、高附加值产品中已逐步应用冷冻浓缩工艺^[1]。国内刘凌对冷冻浓缩技术作了较全面的综述, 并报道了用渐进法冷冻浓缩葡萄糖和蕃茄汁的试验结果^[2]; 冯毅和袁林峰分别报道了中药口服液和甘蔗汁冷冻浓缩的初步研究结果^[3,4]; 高玉荣和高年发对冷冻法生产低醇葡萄酒进行了初步研究^[5]; 肖旭霖和李慧对苹果汁的冷冻浓缩工艺进行了研究^[6]; 国内还有一些通过冷冻浓缩葡萄汁生产甜型葡萄酒的报道。随着市场对高档产品需求量的增加, 冷冻浓缩工艺将进一步显示出其优越性及必要性。此外, 随着制冷设备可靠性的提高和价格下降, 也将促进冷冻浓缩的应用进程。因此, 开展冷冻浓缩工艺技术的研究及应用, 对推动传统工艺技术的进步和提高浓缩汁产品品质均具有重要意义^[7]。本试验对葡萄酒的冷冻浓缩技术进行了研究, 并将冷冻浓缩技术应用于质量欠缺的干白葡萄酒中, 以改善其品质。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

基金项目: 天津市自然科学基金资助项目(043611611)。

收稿日期: 2006- 11- 10

作者简介: 张春娅(1954-)女, 正高级工程师。

半干白葡萄酒、干白原酒、可控温冰柜、葡萄酒全自动分析仪、冷冻机。

1.2 检测方法

葡萄酒(汁)成分的检测, 酒精度、还原糖和总酸等成分的测定方法采用 GB/15038- 94《葡萄酒、果酒通用试验方法》。

2 结果与分析

2.1 不同温度下的冷冻分离试验

2.1.1 单独冷冻分离试验

取 6 个酒样各 200 mL, 将温度分别控制在- 5℃, - 6℃, 至- 10℃, 达到温度后, 在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, 并检测固液两相中各成分的含量。出现过冷状况时, 需要添加晶母。同时取酒样做空白对照。

2.1.1.1 温度与冻结率的关系

根据各分离温度下的固液体积之比, 计算出冻结率, 绘制温度与冻结率关系曲线, 结果见图 1。

从图 1 可知, 试验酒样在- 5℃时冻结率为 13%, 随着温度的降低, 冻结率逐渐增大, 温度降至- 10℃时, 冻

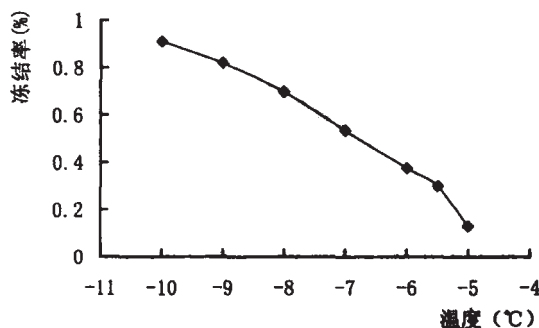


图1 温度与冻结率关系曲线

冻结率为91%。从图1中的变化趋势还可看出, 试验酒样开始结冰的温度为-4~-5之间, 完全冻结的温度为接近-11。

2.1.1.2 温度与固液组分物质浓度的关系

将在各温度下分离的固体和液体部分进行全项指标分析, 结果为: 葡萄酒中各项指标物质均在固、液两相中不等量分配(各种成分均在液相中浓缩); 随着温度的降低, 冻结率升高, 各项指标物质在固、液两相中的浓度也随之升高; 以酒精度、总酸、还原糖为例, 温度与固液相中的浓度关系见图2。

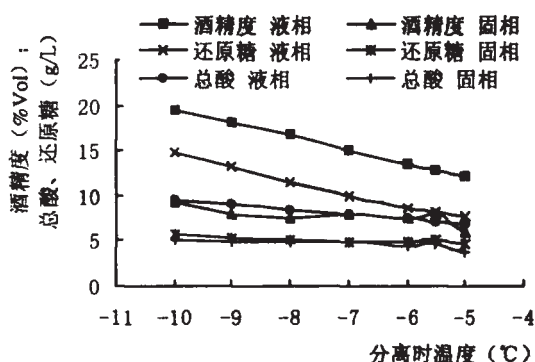


图2 温度与固、液两相中各成分的浓度关系

从图2可看出, 随着温度的降低, 酒精度、总酸、还原糖在固液两相中的浓度呈线性增长, 其中酒精度和糖度在液相中的浓度增长较快; 酒精度和糖度在固相中的浓度和总酸在固液两相中的浓度随着分离温度的降低变化较慢。由此可见, 酒精和还原糖比较易于利用冷冻法在液相中进行浓缩分离。因此, 可以通过冷冻法浓缩分离糖和酒精, 分离操作时, 可以根据所需的浓度范围, 结合适当的冻结率范围, 然后选择适当的冷冻温度。

2.1.2 连续冷冻分离试验

取1个酒样1000 mL, 将温度控制在-5, 在此低温下用纱布将固液分离, 测出固液体积, 计算体积比, 取出固相和少量液相做全项指标检测; 剩下的液相继续降温至-6, 再次分离、检测、降温, 直至-10。此试验与单独冷冻分离试验相同, 出现过冷状况时, 需要添加晶母。

全项指标检测结果与单独冷冻法结果相同, 葡萄酒

中各项指标物质均在固、液两相中不等量分配。随着温度的降低, 各项指标物质在固、液两相中的浓度也随之升高。以酒精度、总酸、还原糖为例, 温度与固液相中各成分的浓度关系见图3。

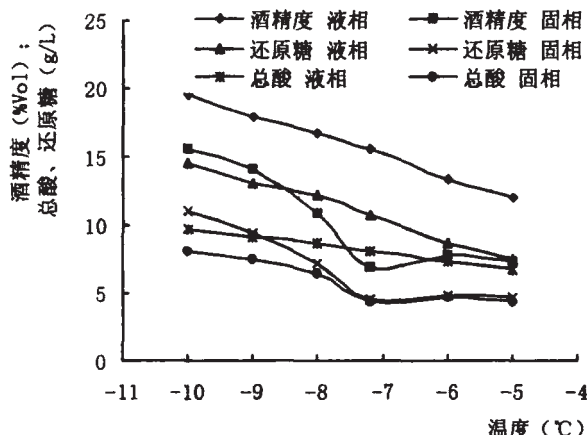


图3 温度与固、液两相中各成分的浓度关系

由图3可看出, 结果与单独冷冻结果即图2的结果相似, 随着温度的降低, 酒精度、总酸、还原糖在固、液两相中的浓度均呈增加趋势, 其中酒精度和糖度在液相中的浓度增加较快, 酸度在液相中的浓度增加较慢; 固相中物质的浓度随温度的降低而增加较快, 是因为在每个冷冻温度下, 固液分离后固相均被去除的缘故。

2.1.3 两种冷冻分离方法的比较

2.1.3.1 液相浓度的比较

将两种方法中每个冷冻温度下分离所得的液相部分浓度进行比较, 以酒精度、总酸、还原糖为例, 绘制温度、浓度曲线, 结果见图4。

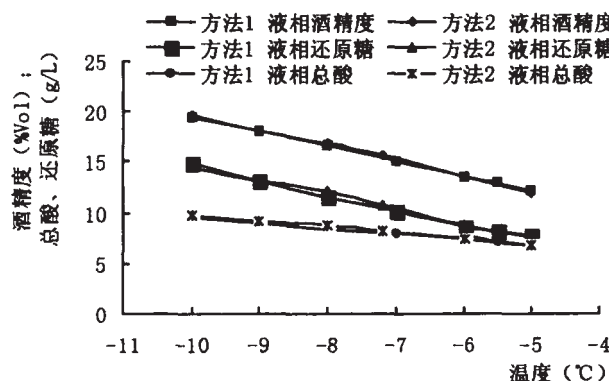


图4 温度与两种方法所得的液相中各成分的浓度关系

从图4可看出, 在两种冷冻分离方法所得的液相部分中, 同一种物质的浓度随温度变化的两条曲线基本重合, 即在同一冷冻分离温度下, 两种冷冻分离方法所得的液相部分的各物质浓度相同。这说明同一种酒样, 冷冻分离所得液相部分物质的浓度与冷冻分离时的温度有关, 与上述两种冷冻分离方法无关。

2.1.3.2 液相部分得率的比较

液相部分的得率就是指某一冷冻温度下, 分离所得液相部分的体积占实验前总体积的比例。

两种实验方法的液相部分的得率可以根据总体积数和试验过滤的液相体积数来计算。两种实验方法所得的相关实验数据见表 1 和表 2。

表 1 各温度下单独冷冻分离试验所得液相体积

项 目	分离温度(℃)						
	-5.0	-5.5	-6.0	-7.0	-8.0	-9.0	-10.0
原体积(mL)	200	200	200	200	200	200	200
液相体积(mL)	174	140	125	93	60	36	18
液相得率(%)	87	70	62.5	46.5	30	18	9

表 2 各温度下连续冷冻分离试验所得液相体积

项 目	分离温度(℃)					
	-5.0	-6.0	-7.2	-8.0	-9.0	-10.0
原体积(mL)	1000	800	500	250	150	60
液相体积(mL)	856	582	330	184	93	28.5
液相得率(%)	85.6	62.3	41.1	30.2	18.7	8.9

液相得率计算公式:

单独冷冻分离法: $D_T = (V_T' / V_T) \times 100\%$

连续冷冻分离法:

$D_T = (V_{-5.0}' / V_{-5.0}) (V_{-6.0}' / V_{-6.0}) (V_{-7.2}' / V_{-7.2}) \cdot (V_T' / V_T) \times 100\%$

式中: D_T ——温度为 T 时的液相得率;

V_T' ——温度为 T 时的液相体积;

V_T ——温度为 T 时的原体积。

表 1 和表 2 中数据通过公式可以计算出, 在同一冷冻分离温度下, 连续冷冻分离法的液相得率与直接冷冻分离法的液相得率基本相同。这表明同一种酒样、同一冷冻分离温度下, 这两种方法的液相得率相等。液相部分的得率与冷冻分离时的温度有关, 与上述两种冷冻分离方法无关。

2.2 冷冻浓缩法对干白葡萄酒品质的改善

当葡萄的生长年份较差时, 葡萄的成熟度不足, 糖度较低, 一般葡萄酒企业采取添加白砂糖的方法, 使发酵后的酒精度达到 12 %Vol。但是这种做法发酵得到的原酒酒体比较淡薄。可以用冷冻法将葡萄汁适当浓缩, 然后发酵, 但是这种工艺方法在繁忙的压榨季节比较影响效率。计划先将葡萄汁(不添加白砂糖)发酵成原酒, 然后将原酒适当冷冻浓缩, 使酒精度提高到 12 %Vol 左右, 酒中其他成分的浓度也适当提高, 从而改善葡萄酒的品质。

玫瑰香葡萄清汁 29 t, 糖度 175 g/L, 酸度 6.4 g/L; 添加酵母发酵结束, 下胶澄清过滤后, 得到原酒 27 t, 酒精度为 10.10 %Vol, 糖度为 1.0 g/L, 酸度为 6.7 g/L。此酒香味尚佳, 但口感平淡, 醇厚感欠缺。通过冷冻法将此原酒适当浓缩, 将酒精度提高到 11.5 %Vol 左右, 酒中其他成分也得到适当浓缩, 从而改善葡萄酒的品质。

在葡萄酒冷冻浓缩的生产操作前, 应进行小试验。

2.2.1 葡萄酒冷冻浓缩小试

试验方法同单独冷冻试验。取 6 个酒样各 200 mL, 温度分别控制在 -4、-4.5、-5、-5.5、-6 和 -6.5, 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, 并检测固液相中各成分的含量。出现过冷状况时, 需要添加晶母。

当温度为 -4.5 时, 开始冻结, 出现冰晶, 随着冷冻温度的降低, 冻结率逐渐升高, 分离所得液相部分的酒精度、糖度、酸度逐渐升高。以液相酒精度为代表, 绘制冻结率、酒精度随温度的变化图, 见图 5。

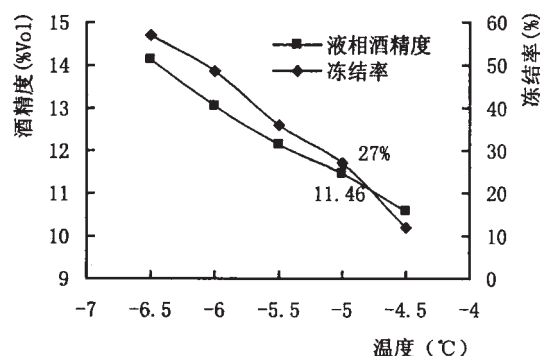


图 5 冻结率、液体部分酒精度随温度的变化

从图 5 可看出, 当温度为 -5 时, 冻结率为 27 %, 液相酒精度为 11.46 %Vol。此酒精度满足预期达到的酒精度, 并且冻结率不是很高, 因此选择 -5 作为冷冻浓缩生产操作时的温度。

2.2.2 葡萄酒的冷冻浓缩生产

将此批玫瑰香干白原酒 27 t, 通过低温酒精循环拉温冷冻, 将酒温保持在 -5, 酒中结成冰霜或小冰渣; 温度稳定后, 冰液混合物通过一定密度的筛网过滤, 分离出冰渣, 得到浓缩酒液 19.2 t。冷冻浓缩分离后的酒液与冷冻前原酒的各项数据见表 3。

表 3 玫瑰香干白原酒冷冻浓缩前后各数值的对比

项目	冷冻温度(℃)	数量(t)	酒精度(%Vol)	残糖(g/L)	总酸(g/L)	挥发酸(g/L)
冷冻前		27	10.10	1.0	6.7	0.31
冷冻浓缩后	-5℃	19.2	11.54	1.2	7.3	0.34

由表 3 可看出, 27 t 玫瑰香干白葡萄原酒, 通过冷冻浓缩分离, 得到了 19.2 t 酒精度为 11.54 %Vol、残糖为 1.2 g/L、酸度为 7.3 g/L 的玫瑰香干白葡萄酒, 与小试验预计的结果基本相似。

对冷冻浓缩分离后的玫瑰香干白原酒进行品评, 与冷冻浓缩前进行对比, 结果为: 冷冻浓缩后的酒果香更加浓郁, 酒香更加醇厚, 酒体协调丰满、柔顺爽口。说明冷冻浓缩分离技术可运用于生产、改善葡萄酒的品质。

(下转第 61 页)

结果,计算出固液结合后的半成品与所设计产品中呈香呈味成分之间的差异,然后进行调整。在这个过程中,微量成分的添加量宁全勿量大,特别是高级醇类,它们是白酒中不可缺少的香气和香味成分,如果添加量过大,不仅掩盖了固液结合酒中所添加的固态酒原有的风味,又影响了整个酒体的口感,出现苦涩的杂醇油味。一般浓香型酒中要求高级醇与总酯之间的量比关系应小于1,它们之间主要是异戊醇与异丁醇之比,最好在2.5左右。异丁醇含量为5~10 mg/100 mL,异戊醇含量在20~30 mg/100 mL,即能在整个酒体当中协调,平衡各香味成分。另外根据基酒情况,常添加适量的丙三醇、2,3-丁二醇,以改善酒体和增强自然感,其量比关系为丙三醇2,3-丁二醇为2:1。在酒中成分含量较大的羰基化合物乙醛、乙缩醛、双乙酰、乙酸等都是呈香呈味物质、增加酒体爽口的芳香物质,在新型白酒中也是常用的添加剂。添加时与总酯之间的比值应保持在1:0.08左右,乙醛:乙缩醛:双乙酰:乙酸为1:2.5:0.5:0.3。以上比例也可根据不同市场的消费习惯进行调整。

3.2.2 适当增加甜味

目前低度化的新工艺白酒调入部分甜味物质可增加酒体的丰满感,消费者也喜爱适当的甜味。用于增加新工艺白酒的甜味物质主要有蛋白糖、丙三醇、2,3-丁二醇等,蛋白糖用量在0.1‰~0.2‰。经试验对比,使用丙三醇的甜味自然。

3.2.3 扩大其他调味物质的应用,将植物香源提取技术与白酒的勾调技术结合,使酒香与淡雅的植物香融为一体。

3.2.4 深入基础研究,应用各种现代分析技术,对传统名酒中的“复杂成分”进行定性和定量分析,使新工艺白

酒的勾调技术和质量上一个新台阶。

3.2.5 应用现代生物工程技术,利用酒厂的窖池、窖泥、糟醅、曲药、黄水、酒头、酒尾等,制备不同特点、不同风格的调味酒,解决新工艺白酒勾调中的“复杂成分”添加难的问题^[4]。

4 尽快制订新工艺白酒质量标准,加大监管力度,完善企业质量保证体系

产品质量标准是保证产品质量的前提和基础,也是政府部门加大监管力度的前提和基础。我国新工艺白酒已占白酒总量的70%,但还没有国家标准,对企业缺少约束,政府不能有效监管。我国应尽快改变目前状况,针对具体问题,制订、完善新工艺白酒标准。政府有关部门要加大监管力度,督促白酒生产企业完善质量保证体系,不生产质量低劣产品。加大市场准入门槛,拒绝质量低劣产品进入市场。同时企业要加大对科技、人才的投入,使新工艺白酒的质量不断改进提高,满足消费需求,让广大消费者认可新工艺白酒。

总之,新工艺白酒是未来市场需求的主流,通过不断的研究、探索,生产出具有特色、高质量的产品,让我国的白酒真正走向国际市场。

参考文献:

- [1] 沈怡方.白酒生产技术全书[M].北京:中国轻工业出版社,1998.
- [2] 李大和.提高新型白酒质量的技术关键[J].酿酒科技,2005,(6):21-27.
- [3] 张松英.新工艺白酒生产实践与认识[J].酿酒科技,2003,(3):30-31.
- [4] 张宿义,卢中明.继承传统白酒生产技术精华,促进新工艺白酒的健康发展[J].酿酒科技,2005,(2):100-103.

(上接第57页)

3 结论

3.1 通过试验得出,葡萄酒中酒精度和糖度易于通过冷冻法在液相中进行浓缩分离,而酸度不易通过冷冻法在液相中进行浓缩分离。单独冷冻分离法和连续冷冻分离法两种方法,在同一冷冻温度下,分离所得液相部分的浓度和得率均相同,即对同一种酒样来说,液相部分的浓度和得率,与冷冻分离时的温度有关,与这两种方法无关。所以,需要在某一温度下冷冻分离酒样,得到液相成分,为了减少工作量和能源消耗,可以根据实际情况需要,从这两种方法中选择适合的冷冻分离法。

3.2 冷冻浓缩法对干白葡萄酒品质的影响实验结果表明,冷冻浓缩后的酒果香更加浓郁,酒香更加醇厚,酒体协调丰满、柔顺爽口。

参考文献:

- [1] Zhonglai Zhang, Richard W. Harte1. A multilayer freezer for freeze concentration of liquid milk[J]. Journal of Food Engineering, 1996, (29):23-38.
- [2] 刘凌,宫胁长人.液体食品的渐进冷冻浓缩[J].食品与发酵工业,1999,25(4):31-34.
- [3] 冯毅,宁方芹.冷冻浓缩分离技术在中药口服液制造过程中的应用研究[J].低温工程,2002,(4):43-46.
- [4] 袁林峰,闵华,黄霞萍,等.甘蔗汁冷冻浓缩特性研究初报[J].江西农业学报,2002,14(1):61-64.
- [5] 高玉荣,高年发.低醇干白葡萄酒生产工艺的研究[J].天津科技大学学报,2001,(2):28-31.
- [6] 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.