

毛酸浆果酒香气成分 GC/MS 分析

姜晓坤, 张文英, 王喜萍

(吉林农业科技学院酿造技术研究中心, 吉林 吉林 132001)

摘要: 采取去皮过滤果汁、带皮破碎果汁和去皮破碎果汁 3 种不同方法对毛酸浆进行处理, 后经生物发酵加工成果酒。结果表明, 带果皮破碎果汁发酵的果酒最好, 酒呈浅金黄色, 澄清透明, 酒体完整, 典型性强。酒精转化率为 10.3%; 残糖为 12.5%; 干浸出物 25.6 g/L; 气相色谱-质谱法检出该果酒有 15 种香气成分, 其相对含量醇类 2.35%、酯类 16.68%、烷类 75.07%。

关键词: 毛酸浆; 果酒; 香气成分; 气相色谱/质谱法(GC/MS)

中图分类号: TS262.7; TS261.7; O657.63; TS261.4 文献标识码: A 文章编号: 1001-9286(2013)03-0101-03

Analysis of the Flavoring Components of *Physalis pubescens* L. Fruit Wine by GC/MS

JIANG Xiaokun, ZHANG Wenying and WANG Xipin

(Jilin Agricultural Science and Technology College, Jilin, Jilin 132101, China)

Abstract: In this study, *Physalis pubescens* L. fruit wine was produced with *Physalis pubescens* L. as raw materials through the fermentation of peeled filtered juice, unpeeled broken fruit juice and peeled crushing juice respectively. The results showed that the quality of *Physalis pubescens* L. fruit wine through the fermentation of unpeeled broken fruit juice was the best. The product wine was golden straw yellow in color, clear, and full-bodied with strong typicality. Its alcohol conversion rate was 10.3%, residual sugar content was 12.5% and dry extract content was 25.6 g/L. There were 15 kinds of flavoring components detected in such wine product by use of GC/MS with the relative content of alcohols, lipids and alkanes as 2.35%, 16.68%, and 75.07% respectively.

Key words: *Physalis pubescens* L.; fruit wine; flavoring components; GC/MS

毛酸浆(*Physalis pubescens* L.)是茄科酸浆属一年生草本植物, 别名“洋姑娘”。酸浆的干燥宿存萼或带果实的宿存萼作为锦灯笼药用^[1], 性味苦寒, 归肺经, 具清热解毒、利咽、化痰、利尿功效^[2], 主治咽喉肿痛、腮腺炎、泌尿道炎症、小便不利、尿血等。毛酸浆的果实酸甜可口, 营养丰富, 为大众所喜食, 可加工制成果汁饮料、果酒、果脯蜜饯、罐头等。对毛酸浆果酒酿造工艺进行研究, 筛选出最佳的生产工艺。同时对毛酸浆果酒香气进行实验室分析。目前, 对葡萄酒、苹果酒、菠萝果酒等香气研究较多^[3-6]。香气成分是决定果酒风味、质量与典型性的主要因素^[7], 测定毛酸浆果酒中的香气成分, 对毛酸浆果酒品质评价系统建立及工艺优化具有重要的理论与实践意义。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂及仪器

材料: 酿酒酵母 T9801 由北华大学提供; 白砂糖(符

合 GB48—2 标准); 柠檬酸(北京市化学试剂公司); 果胶酶(法国 Lallemand 公司)。

仪器: HP6890 气相色谱-HP5973 质谱联用仪, 美国惠普公司, 色谱柱(HP5-MS, 30.0 m×0.25 mm×0.25 μm)。UV-265FW 岛津紫外-可见分光光度计。

试剂: 二氯甲烷(色谱纯), 天津市康科德科技有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 原料处理

选择成熟度一致, 没有霉烂的毛酸浆果实, 分别进行 3 种处理:

处理 1: 分离去宿存萼(以下简称为果皮)果实, 破碎后进行发酵(即去皮发酵);

处理 2: 带果皮果实破碎后直接发酵(即带皮发酵);

处理 3: 去果皮果实破碎后, 将果汁过滤后再进行发酵(即汁液发酵)。

基金项目: 吉林农业科技学院青年基金项目(200801012)。

收稿日期: 2012-07-04; 修回日期: 2012-12-12

作者简介: 姜晓坤(1976-), 女, 实验师, 硕士, 从事果酒工艺技术研究; E-mail: jxk76@126.com。

优先数字出版时间 2012-12-14; 地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/52.1051.TS.20121214.1416.004.html>。

1.2.2 工艺流程

本实验采取工艺如下。

添加果胶酶 添加亚硫酸 麦芽汁扩大培养←斜面活化←保存菌种
↓
毛酸浆果实→破碎→蔗糖→调酸→接种酵母→酒精发酵→原酒→倒桶→贮酒→下胶→过滤→调配→冷处理→过滤→杀菌→成品

1.2.3 毛酸浆发酵果酒的感官评价方法

由 10 名有经验的专业人员对酒样进行品评,所用工具及样品每人各 1 份,以便仔细鉴定。感官评价从毛酸浆酒的色泽、香气、口味和典型性 4 个方面进行。通过观察和品尝后分别进行评价和描述。

1.2.4 毛酸浆发酵果酒理化指标的测定方法

澄清度的测定:采用紫外-可见分光光度测定吸光度,进行比较。

酒精度的测定:蒸馏法。

总糖的测定:高锰酸钾滴定法。

干浸出物的测定:密度瓶法。

总酸的测定:氢氧化钠滴定法。

1.2.5 毛酸浆发酵果酒香气成分的测定方法

1.2.5.1 样品的制备

取毛酸浆发酵原酒 100 mL,置于 250 mL 分液漏斗中,依次用 60 mL、40 mL、30 mL 的二氯甲烷于常温下萃取 3 次,合并有机相,然后在 30 °C 下浓缩,供 GC-MS 分析^[3,4]。

1.2.5.2 样品的 GC/MS 分析

色谱条件:进样口/接口温度 260 °C;载气 He:恒流 1.0 mL/min,Scan 33~450 amu;溶剂延迟:10 min;进样量 1 μL。

质谱条件:倍增电压 2094 V,离子源温度 200 °C,四极杆温度 150 °C。

程序升温条件:60 °C $\xrightarrow{8\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}}$ 160 °C $\xrightarrow{5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}}$ 260 °C

2 结果与分析

2.1 不同处理的毛酸浆原酒感官评价结果

对于 3 种不同处理的毛酸浆原酒,经 10 名专业人员感官鉴定,结果描述见表 1。

表 1 3 种方法处理的毛酸浆果酒感官比较

项目	处理方法		
	1(去皮发酵)	2(带皮发酵)	3(汁液发酵)
色泽	浅黄色,澄清透明,有光泽	浅金黄色,澄清透明,有光泽	微黄,澄清透明,有光泽
滋味	酒味较纯正、顺柔	酒味浓郁丰满	酒味柔和爽净
香气	有酸浆的清香味	有酸浆特有的清香	酸浆香气较淡
风格	典型性明显	典型性突出	典型性不明显

由表 1 可看出,采取 3 种不同处理方法均对果酒感官有一定影响,以带果皮发酵的果酒感官质量为最佳。该

酒呈浅金黄色,澄清透明,酒体完整,典型性强,具有很好的外观品质。

2.2 不同处理毛酸浆原酒理化指标测定结果

对于 3 种不同处理的毛酸浆原酒,按 1.2.4 中的方法进行理化指标的测定,结果见表 2。

表 2 3 种方法处理的毛酸浆果酒的理化指标

项目	处理方法		
	1(去皮发酵)	2(带皮发酵)	3(汁液发酵)
澄清度(240 nm吸光度)	1.697	1.678	1.702
酒精度(%vol)	9.5	10.3	7.4
总糖(g/L)	13.9	12.5	16.6
干浸出物(g/L)	20.1	25.6	17.2
总酸(g/L)	3.8	3.9	3.5

由表 2 可以看出,3 种原料处理方式对果酒理化指标有一定的影响,带皮发酵果酒的酒度最高为 10.3 % vol,汁液发酵的酒度最低为 7.4 % vol;带皮发酵果酒的残糖含量最低,为 12.5 %,汁液发酵的残糖含量最高,为 16.6 %;带皮发酵果酒的干浸物含量最高,为 25.6 %,汁液发酵的干浸物含量最低,为 17.2 %;带皮发酵果酒的总酸和去皮发酵果酒的总酸差别不大,汁液发酵的总酸较低;3 种原料处理对果酒的澄清度影响不明显。从理化指标检测总体情况看,带皮发酵结果优于去皮发酵和汁液发酵,可能是由于该方式果实破碎程度低,原料孔隙度大,含氧量高,发酵时有利于菌种的繁殖。同时,果皮、种皮中含有丰富的天然香气成分、色素等,也是酒体感官品质良好的原因。

2.3 毛酸浆带皮果汁发酵原酒香气成分的分析

应用气相色谱-质谱联用仪对毛酸浆带皮果汁发酵原酒的香气成分进行分析,图 1 为所得的毛酸浆带皮果汁发酵原酒的 GC/MS 总离子色谱图。各组分质谱经计算机谱库(DATABASE\NIST98.L)检索及资料分析,检出的香气成分见表 3。

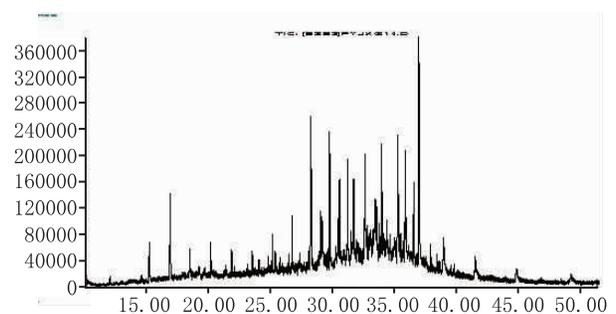


图 1 毛酸浆果酒香气成分 GC/MS 总离子图

由表 3 可知,在毛酸浆带皮果汁发酵酒中分离出 15 种化合物,香气成分主要有醇类、酯类、烷类及吡唑类,其中醇类 1 种,2-十二烷氧基乙醇相对含量占 2.35 %;酯类 3 种,乙基丁二酸酯、苯二甲酸正丁酯、双(2-乙基己

表 3 毛酸浆果酒香气成分的 GC/MS 分析结果

序号	保留时间 (min)	化合物名称	化学式	分子量	相对含量 (%)
1	4.69	乙基丁二酸酯	C ₈ H ₁₀ O ₄	146	3.38
2	4.84	3-乙基-4,5-氢化-噻唑	C ₆ H ₁₀ N ₂	98	3.97
3	15.53	1-碘癸烷	C ₁₀ H ₂₁ I	268	8.38
4	19.19	三十五烷	C ₃₅ H ₇₂	516	2.98
5	19.31	2-十二烷氧基乙醇	C ₁₄ H ₃₀ O ₂	230	2.35
6	21.53	十七烷	C ₁₇ H ₃₆	240	5.44
7	21.74	十九烷	C ₁₉ H ₄₀	268	4.33
8	23.42	2,6,10,14-四甲基十六烷	C ₂₀ H ₄₂	282	5.76
9	25.91	十八烷	C ₁₈ H ₃₈	254	3.13
10	33.14	苯二甲酸正丁酯	C ₁₈ H ₂₂ O ₄	278	6.99
11	34.83	二十烷	C ₂₀ H ₄₂	282	11.96
12	39.19	二十一烷	C ₂₁ H ₄₄	296	13.04
13	43.42	二十二烷	C ₂₂ H ₄₆	310	11.99
14	47.3	二十八烷	C ₂₈ H ₅₈	394	8.06
15	57	双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯	C ₂₈ H ₅₀ O ₄	390	6.31

基)邻苯二甲酸酯相对含量之和占 16.68%; 烷类 10 种, 二十一烷、二十二烷等相对含量之和占 75.07%。

3 结论

毛酸浆采取去皮过滤果汁、带皮破碎果汁和去皮破碎果汁 3 种不同处理方法, 进行生物发酵加工成果酒。根据果酒的感官指标和理化指标进行综合判断, 带果皮破碎果汁发酵的果酒最好, 酒精转化率高, 为 10.3%。残糖含量低, 为 12.5%; 干浸出物为 25.6 g/L; 其外观质量最

佳, 酒呈浅金黄色, 澄清透明, 酒体完整, 典型性强。这是由于毛酸浆果皮、种皮中含有丰富的天然香气成分、色素等在发酵过程中被浸提到果酒中, 同时由于果实破碎程度低, 破碎后的原料孔隙度大, 含氧量高, 在发酵前期有利于菌种的快速繁殖, 因此酒精转化率高。

经气相色谱-质谱联用仪对果酒香气成分分析, 检测出 15 种香气成分, 主要成分相对含量为: 醇类 2.35%、酯类 16.68%、烷类 75.07%, 这些成分构成了毛酸浆发酵果酒特有的香气。

参考文献:

- [1] 徐国钧,等.中国药材学(下册)[M].北京:中国医药科技出版社,1996:1161-1162.
- [2] 许亮,王冰.毛酸浆染色体的核型分析[J].中药材,2004,27(4):238-239.
- [3] 李记明,宋长冰,贺普超.葡萄与葡萄酒芳香物质研究进展[J].西北农业大学学报,1998,26(5):105-108.
- [4] 彭帮柱,岳田利,袁亚宏,等.气相色谱-质谱联用法分析苹果酒香气成分的研究[J].西北农林科技大学学报:自然科学版,2006,34(1):71-74.
- [5] 王华,李华,刘拉平,等.菠萝果酒香气成分的 GC-MS 分析[J].西北农林科技大学学报:自然科学版,2005,33(4):143-146.
- [6] 房玉林,王华,张莉,等.不同酿造工艺对毛葡萄酒香气的影响[J].农业工程学报,2007,23(9):246-250.
- [7] 姜晓坤,牛春艳,李杨,等.原料处理方法对毛酸浆发酵果酒质量的影响[J].中国酿造,2011(8):98-100.

(上接第 100 页)

表 2 6 种保健酒的硒含量

样品名称	样品量 (mL)	荧光强度	样品测定值 (μg/mL)	硒含量 (ng/g)
葛根酒	5	96.680	0.4744	4.74
劲酒	5	73.950	0.3741	3.74
灵芝酒	5	69.240	0.3533	3.53
椰岛鹿龟酒	5	64.673	0.3332	3.33
张裕特质三鞭酒	5	58.928	0.3079	3.08
侗家奇液酒	5	97.853	0.4795	4.80

素的掩蔽剂而使测定结果偏低;三是充分消解,时间至少保证在 24 h 以上,才进行样品的下一步处理。

在消解样品时,由于酒样的主要成分是乙醇,乙醇沸点为 78 °C,用烧杯消解极易造成暴沸而使实验失败,故改为用 250 mL 锥形瓶进行消解,且注意控制温度不超过 100 °C。

总之,酒是国人常饮之品,适量饮酒既可养生,也可增加硒元素的摄取。

3 结论

采用国标中氢化物发生-原子荧光光谱法(HG-AFS)方法测定了 6 种酒样中总硒的含量。该方法对测试样中

硒元素的加标回收率在 99.50%~100.00%间;检出限为 1.45 ng/mL,相对平均标准偏差(RSD)为 0.73%(n=11)。实验结果还表明,所检测分析的不同地区生产的保健酒中均含有硒元素,且贵州地区保健酒中的硒元素高于其他地区。

参考文献:

- [1] 赵勇钢.外源硒补给与水肥联合调控对红枣品质及产量的影响[D].北京:中国科学院,2011.
- [2] 宋美娥,李奎.硒的生物学特性及机制研究[J].饲料研究,2011(4):45-46.
- [3] 王翔,杨明军,杨晓燕,石凤湘.FAAS 测定侗家奇液酒中 13 种微量元素[J].酿酒科技,2011(10):90-92.
- [4] 韩长秀,王凤花,张宝贵.硒的化学形态分析[J].理化检验-化学分册,2007,43(5):420-423.
- [5] 徐永新,雒昆利.氢化物发生-原子荧光光谱法对水中总硒含量测试方法改进研究[J].光谱学与光谱分析,2012,32(2):532-536.
- [6] 苟体忠,唐文华,张文华,刘少友,吴林冬.氢化物发生-原子荧光光谱法测定植物样品中的硒[J].光谱学与光谱分析,2012,32(5):1401-1404.