

doi:10.12301/spxb202300266

文章编号:2095-6002(2024)03-0049-09

引用格式:李冠宇,王瑶,尹荐,等.鲜食葡萄白兰地蒸馏过程中主要发酵香气物质馏出动力学研究[J].食品科学技术学报,2024,42(3):49-57.



LI Guanyu, WANG Yao, YIN Jian, et al. Research on distillation kinetics of major fermentative aroma compounds during distillation of table grape brandy[J]. Journal of Food Science and Technology, 2024,42(3):49-57.

鲜食葡萄白兰地蒸馏过程中主要发酵香气物质馏出动力学研究

李冠宇¹, 王瑶¹, 尹荐¹, 张永刚², 王凌云³, 李爱华⁴, 陶永胜^{1,5,*}

(1. 西北农林科技大学葡萄酒学院, 陕西 杨凌 712100; 2. 陕西丹凤葡萄酒有限公司,

陕西 丹凤 726200; 3. 商洛市特色产业与休闲农业指导中心, 陕西 商洛 726000;

4. 西北农林科技大学食品科学与工程学院, 陕西 杨凌 712100;

5. 陕西省葡萄与葡萄酒重点实验室, 陕西 杨凌 712100)

摘要:以中国陕西主栽的鲜食葡萄户太8号为原料酿造葡萄白兰地,研究蒸馏过程中主要发酵香气物质的馏出规律。葡萄原酒自然澄清后进行一次蒸馏,摘除前3%的馏出液,随后进行二次蒸馏。在2次蒸馏过程中,利用GC-FID监测馏出液中果香酯、高级醇和脂肪酸含量,研究其蒸馏过程中的馏出动力学特征。采用感官量化品评法分析了蒸馏出的酒头、酒身、酒尾的气味特征。结果表明,在2次蒸馏过程中,大多数果香酯在起始阶段迅速累积后趋于稳定,并在前、中期停止累积;高级醇从起始阶段就有馏出,并持续至后期;而脂肪酸则主要在中后期馏出。分析发现,在第二次蒸馏进程的40%~60%阶段,主要发酵香气物质均有均衡馏出。感官分析表明,酒头辛辣味突出,酒身具有和谐的果香和醇香,而酒尾则有明显的蒸煮味。综合研究结果表明:户太8号葡萄蒸馏酒的较佳蒸馏工艺是摘除一次蒸馏的前3%馏出液,再将剩余部分进行二次蒸馏;二次蒸馏的前2%~5%作为酒头,80%~100%为酒尾,其余为酒身。研究结果可为葡萄白兰地蒸馏过程中的摘酒工艺提供技术指导。

关键词:白兰地;蒸馏酒;果香酯;发酵香气物质;动力学模型

中图分类号:TS262.6

文献标志码:A

随着我国水果生产技术的提高,鲜食葡萄的产量持续增长。2022年,我国葡萄产量为1 537.79万t,葡萄园面积为705.11 km²^[1]。然而,由于种植品种和结构单一、盲目追求高产,使得很多地区的葡萄浆果

成熟期过于集中,导致季节性供大于求,制约了鲜食葡萄产业的健康发展。对鲜食葡萄进行精深加工,能够很好地缓解产能过剩问题,是延长产业链、提高产品附加值的有效途径。户太8号(户太八号)葡

收稿日期:2023-05-05

基金项目:国家重点研发计划项目(2022YFD1602011);陕西省科技创新团队项目(2023-CX-TD-59);陕西省农业科技创新转化项目(NYKJ-2019-SL)。

Foundation: National Key Research and Development Program Project (2022YFD1602011); Shaanxi Science and Technology Innovation Team Project (2023-CX-TD-59); Shaanxi Agricultural Science and Technology Innovation and Transformation Project (NYKJ-2019-SL)。

第一作者:李冠宇,女,硕士研究生,研究方向为葡萄酒风味化学。

*通信作者:陶永胜,男,教授,博士,博士生导师,主要从事葡萄酒酿造与风味化学方面的研究。

萄是陕西省主要栽培的鲜食葡萄品种,该品种是欧美杂交品种,由陕西的西安葡萄研究所从“黑奥林匹亚”的芽变中选育而来^[2],具有强烈的草莓香气以及早熟、耐旱性强、抗逆性强等优点^[3]。目前,户太8号葡萄已被开发出具有区域风格的葡萄酒产品^[4-5]。

研究发现,户太8号葡萄的果皮较薄,单一酿造所得的葡萄酒往往酸度和色素含量不足,常与高酸葡萄或增色葡萄混酿^[5-6]。此外,与赤霞珠、梅鹿辄等常见的酿酒葡萄相比,户太8号葡萄酒的总挥发性物质含量较低,且发酵香气物质在总挥发性物质中的占比很高^[7]。相较于酿酒葡萄,户太8号葡萄采收时糖度一般较低^[8],所酿葡萄酒往往酒精度偏低^[9],而蒸馏具有提高酒精度、进一步浓缩香气物质的作用^[10]。因此,户太8号葡萄具有酿造水果蒸馏酒的加工潜力。以各种新鲜水果或果汁为原料,经过发酵、蒸馏、橡木桶陈酿、调配而成的酒称为白兰地,可分为葡萄白兰地和水果白兰地^[11],葡萄白兰地通常简称为白兰地。本研究对蒸馏过程中得到的葡萄蒸馏酒品质进行研究。

蒸馏设备对蒸馏酒的品质有较大影响。塔式蒸馏采用连续蒸馏设备,一次蒸馏便可达到所需酒精度,但在蒸馏过程中易导致香气损失;壶式蒸馏为间歇蒸馏,得到的酒液能够保留更多的香气^[12],由于蒸馏进程中乙醇和香气物质含量不断变化,且在两次蒸馏过程中的变化规律不尽相同^[13],因此确定适宜的摘酒方案尤为关键^[14]。在一般的蒸馏酒酿造过程中,生产者通常根据经验或酒精度来判断何时截取酒头、酒身和酒尾^[15]。当这些传统方法用于果香型蒸馏酒时,可能无法有效保留其果香。因此,优化摘酒方案,根据香气物质在蒸馏过程中的具体变化情况来选择适当的时间截取酒身,这对户太8号鲜食葡萄的深加工具有现实意义,同时,对鲜食葡萄白兰地的蒸馏技术也提供了参考。

本研究以陕西省典型的鲜食葡萄品种——户太8号为对象,进行鲜食葡萄制备蒸馏酒的工艺探索,分析蒸馏过程中果香酯、高级醇、脂肪酸等葡萄白兰地的主要发酵香气物质的馏出动力学特征和规律,探究蒸馏过程中的摘酒方案对葡萄蒸馏酒品质的影响。研究结果可为户太8号葡萄蒸馏酒的摘酒工艺提供数据支撑,进而为果香型鲜食葡萄白兰地的生产工艺优化提供技术指导。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

1.1.1 葡萄原料

户太8号葡萄,欧美杂交品种。2019年8月采自陕西省商洛市商州区(约N33°2',E108°34'),葡萄汁含糖量156 g/L(以葡萄糖计),含酸量5.57 g/L(以酒石酸计),约200 kg,卫生状况良好。

1.1.2 酵母菌株

酿酒酵母(*Saccharomyces cerevisiae*):商业活性干酵母RV002,安琪酵母股份有限公司。

非酿酒酵母(non-*Saccharomyces cerevisiae*):发酵毕赤酵母(*Pichia fermentans*)属Z9Y-3,本实验室优选,高产糖苷酶和酯酶,保藏于中国典型培养物保藏中心,保藏编号CCTCC M 2019857 Z9Y-3。

1.1.3 实验试剂

葡萄糖,分析纯,科密欧化学试剂有限公司;蛋白胨、酵母浸粉,奥博星生物技术有限责任公司。

乙酸乙酯、乙酸异丁酯、乙酸异戊酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、辛酸乙酯、癸酸乙酯、异丁醇、异戊醇、辛酸、癸酸,标准品(纯度≥97.0%),Sigma-Aldrich公司(美国)。

54香味系列酒鼻子(Le Nez du Vin)葡萄酒标准香气物质,北京逸香葡萄酒文化有限公司代理。

实验用超纯水由美国Water Millipore仪制备。

1.2 仪器与设备

GC-2010-Pro型气相色谱-火焰离子化检测器(gas chromatography-flame ionization detector, GC-FID),配备DB-WAXETR气相色谱柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm,美国Agilent J&W公司);实验室自主设计壶式蒸馏器,山东九酿酿酒设备有限公司生产。

1.3 实验方法

1.3.1 蒸馏酒的生产方法

成熟卫生的葡萄原料采摘后,人工穗选和除梗破碎,破碎率应超过70%,葡萄醪不添加SO₂和果胶酶,4℃恒温冷浸渍12 h,回温后,将活化好的发酵毕赤酵母和酿酒酵母菌株以1:1的比例同时接种到葡萄醪中,接种量为10⁶ CFU/mL。启动发酵后,控制发酵温度在18~20℃,每日监测发酵温度和比重;发酵启动后,第3天皮渣分离;以最终酒精度为11% vol补充添加白砂糖,当比重低于0.992,还原

糖含量低于4 g/L时,即为发酵结束。转罐密封,满罐储藏在4℃条件下自然澄清。1个月后再转罐,去除酒脚等沉淀物。

一次蒸馏:将5 L葡萄原酒倒入蒸馏设备中,通过直接加热的方式进行蒸馏,用手持折光式酒精计监测酒精度的变化,当酒精度低于40% vol时,停止接酒。

二次蒸馏:舍去一次蒸馏的酒头部分,剩余馏出液进行二次蒸馏,用手持折光式酒精计监测酒精度的变化,当酒精度低于40% vol时,停止接酒。

1.3.2 香气成分的分析方法

香气成分的分析方法参考文献[16],并略有修改。使用GC-FID测定,蒸馏酒加入40 mg/L的乙酸正戊酯溶液作为内标化合物,直接进样量1 μL,升温程序为40℃保持1 min,以2℃/min升温至54℃,以4℃/min升温至86℃,以2℃/min升温至92℃,再以10℃/min上升至200℃保持3 min,检测器温度250℃,进样口温度220℃,载气为氮气,流量为1 mL/min(空气吹扫流速为350 mL/min,氢气流速为35 mL/min),分流比为50:1。

香气成分的定性定量方法。采用保留时间对比的方法进行定性,使用5点法建立香气物质浓度与峰面积之间的标准曲线,以内标-标准曲线法进行定量。

1.3.3 蒸馏过程中香气物质含量变化的测定

在第一次和第二次蒸馏过程中,均为每10 mL取出馏出液,置于离心管中,密封保存。测定其香气成分质量浓度,重复3次。

1.3.4 生成动力学模型的建立

馏出动力学模型的建立参考文献[17]。将测定的馏分中香气物质的质量浓度换算成绝对含量,即累积量。

对蒸馏进程和每种香气物质的绝对含量分别进行归一化处理。利用OriginPro 2022b软件中的Slo-gistic3模型对蒸馏进程中生成的果香酯、高级醇和脂肪酸的绝对含量进行非线性拟合,模型函数见式(1)。

$$y = \frac{a}{1 + b \exp(-kx)} \quad (1)$$

式(1)中, x 表示蒸馏进程, y 表示香气物质生成含量百分比,参数 a 表示振幅,在本研究中代表蒸馏过程中葡萄蒸馏酒香气物质达到平衡时的生成含量百分比; b 、 k 为模型系数, k 在生物学中表示内禀

增长率,本研究中代表蒸馏过程中香气物质的生成速率;3个参数均为正值。

以第一次蒸馏过程中,每10 mL馏出液中分析出的香气物质馏出数据,构建第一次蒸馏发酵香气物质馏出动力学模型;第二次蒸馏发酵香气物质馏出动力学模型的建立方法相同。

1.3.5 感官分析

香气特征的感官分析参考李文艳等^[18]的方法。品评小组由经过系统闻香培训的葡萄酒专业的15名研究生组成。根据品评结果进行酒头、酒身、酒尾的划分。品评小组由14名葡萄酒专业的学生(7男,7女)组成,酒样感官分析前期对品尝小组进行为期1个月的葡萄酒标准香气物质闻香培训,直至品尝小组成员间对每个葡萄酒香气特征辨别结果的误差小于整体平均值的5%。感官分析实验中,每个酒样重复2次,在黑色标准葡萄酒杯中倒入30 mL酒样,供试酒样进行随机编号和排序。每位成员在提供的葡萄酒标准香气特征表中选择3~5个特征词汇描述酒样香气,并用“5点标度法”(1~5表示香气特征强度)对香气特征进行评分,计算方法见式(2)。

$$MF = \sqrt{FI} \quad (2)$$

式(2)中, MF 为某一香气特征的最终量化强度值,%; F 为品评小组对香气特征词汇的使用频率,%; I 为强度平均值,%。

1.4 数据处理

数据的基本统计采用Microsoft Excel 2019进行。单因素方差分析(One-way ANOVA)采用SPSS 20.0进行。使用OriginPro 2022b进行香气物质生成动力学分析、主成分分析等。

2 结果与分析

2.1 香气物质生成动力学特征分析

果香酯往往赋予葡萄酒令人愉悦的风味特征,故本研究以在酒身中保留大量果香酯为摘酒原则对酒头、酒身、酒尾进行划分。细分收集蒸馏过程中的馏出液,使用GC-FID检测酒样中含量较高的13种发酵香气物质。建立蒸馏过程中8种果香酯、3种高级醇和2种脂肪酸的生成动力学模型。生成动力学曲线见图1和图2。模型拟合结果显示了蒸馏过程中果香酯、高级醇和脂肪酸的绝对含量变化趋势符合“S”形对数曲线。除乙酸乙酯在第二次蒸馏过

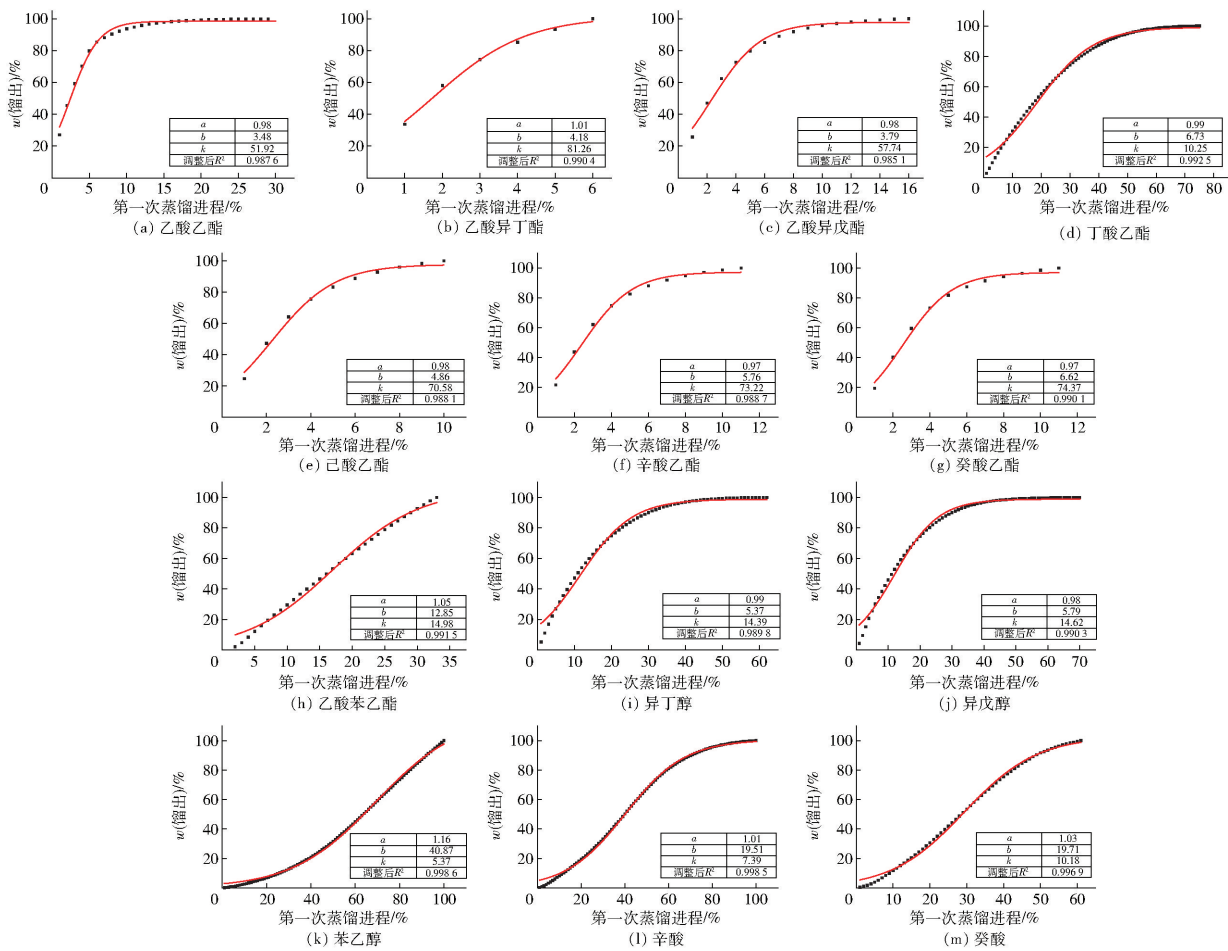


图1 户太8号葡萄蒸馏酒第一次蒸馏过程中主要发酵香气物质馏出动力学拟合曲线

Fig.1 Distillation kinetic curves of main fermentative aroma compounds during first distillation of Hutai-8 grape distilled wine

程中的相关系数 R^2 为 0.963 6 外,其余香气物质的相关系数 R^2 均高于 0.980 0。总体来说模型拟合效果良好,一定程度上可以表征香气物质在蒸馏过程中的生成情况。

所有的乙酸酯类和除丁酸乙酯外的脂肪酸乙酯均于第一次蒸馏起始阶段迅速累积,于蒸馏的前期便停止累积。其中乙酸乙酯在第一次蒸馏进程的 10% 之后便不再大量累积,变为持续微量累积,直至第一次蒸馏进程的 30% 左右停止累积。乙酸异丁酯、乙酸异戊酯、己酸乙酯、辛酸乙酯和癸酸乙酯在第一次蒸馏进程的 16% 之后均停止累积。乙酸苯乙酯在第一次蒸馏的前期不断累积,直至第一次蒸馏进程的 35% 左右停止累积。丁酸乙酯是果香酯中累积时间最久的物质,在蒸馏起始阶段开始生成,直到第一次蒸馏进程的 80% 之后才停止累积。异丁醇、异戊醇在第一次蒸馏进程的前 30% 迅速累积,并在 40% 后持续微量累积,直至蒸馏的后期停止累积。苯乙醇在整个第一次蒸馏进程中持续累

积,累积速度不断加快。与其他香气物质不同,辛酸和癸酸在第一次蒸馏的前期和后期累积速度缓慢,主要累积于第一次蒸馏的中期。

以第一次蒸馏前 3% 的馏出液为酒头^[19],摘去第一次蒸馏的酒头,剩余部分进行第二次蒸馏。在第二次蒸馏过程中,13 种发酵香气物质的累积结束进程较第一次蒸馏均有所推迟。乙酸乙酯在第二次蒸馏进程的前 20% 快速累积,并持续微量累积至 60%。丁酸乙酯在第二次蒸馏进程的前 50% 累积速度较快,在 50% 后累积速度减慢,直至 80% 左右停止累积。乙酸苯乙酯在第二次蒸馏进程的 30% 左右开始累积,直至 80% 左右停止累积。除乙酸乙酯、丁酸乙酯和乙酸苯乙酯外,其余果香酯只在第二次蒸馏前期累积。异丁醇、异戊醇快速累积至第二次蒸馏的中期,之后以较慢的速度累积至后期。苯乙醇在第二次蒸馏前期累积速度缓慢,在第二次蒸馏进程的 60% 之后突然快速累积,直至蒸馏结束。癸酸在第二次蒸馏的前期快速累积,在第二次蒸馏

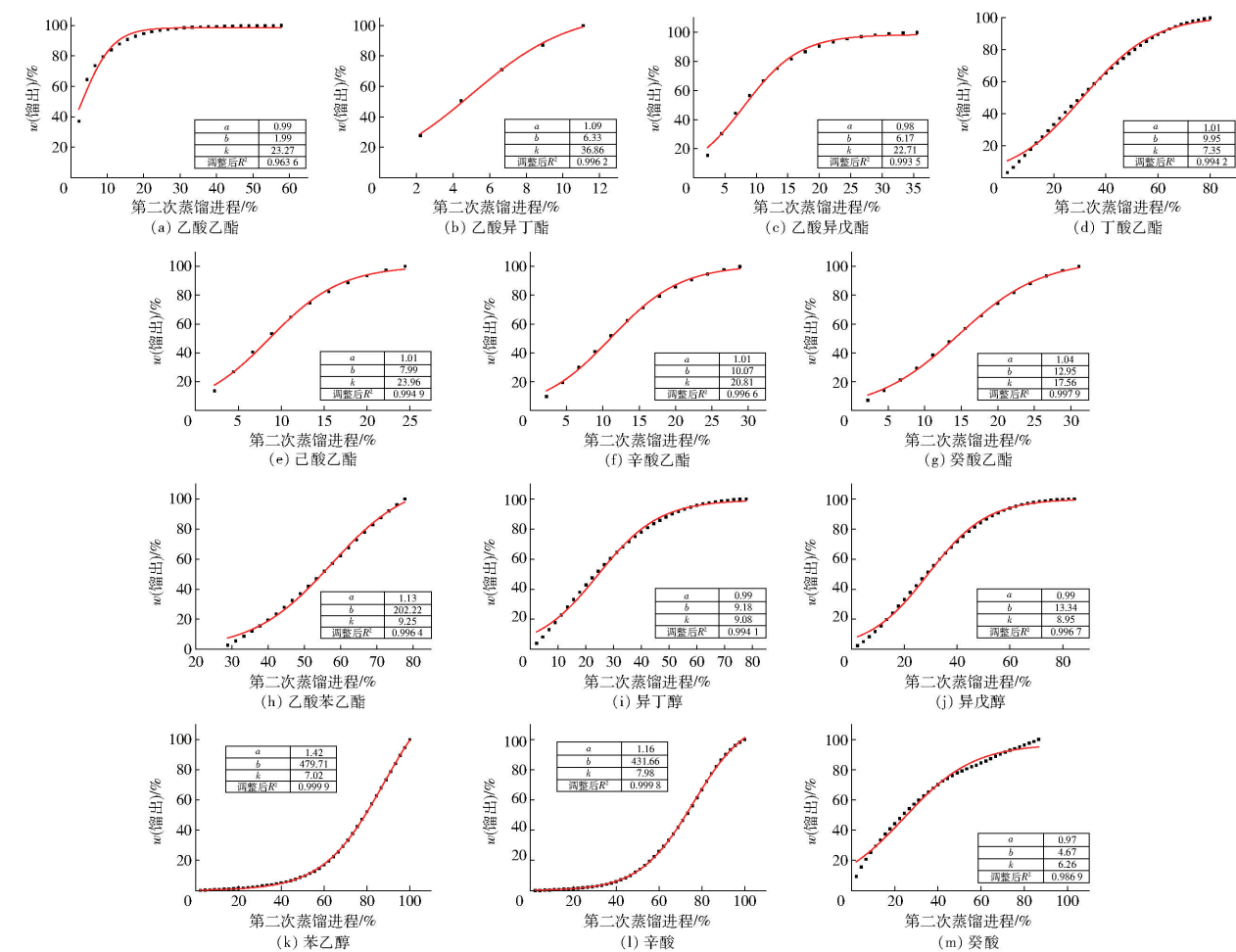


图2 户太8号葡萄蒸馏酒第二次蒸馏过程中主要发酵香气物质馏出动力学拟合曲线

Fig.2 Distillation kinetic curves of main fermentative aroma compounds during second distillation of Hutai-8 grape distilled wine

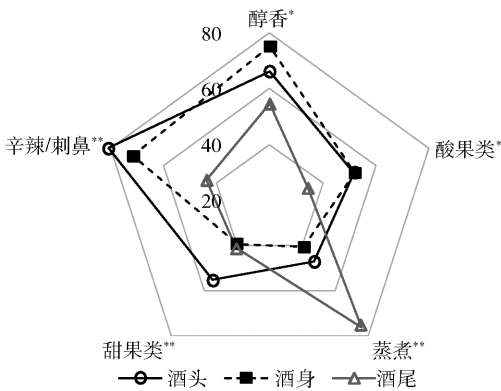
进程的50%之后累积速度减慢,直至第二次蒸馏进程的85%左右停止累积。辛酸的生成贯穿第二次蒸馏的始终,其于第二次蒸馏进程的前40%微量累积,40%后快速累积至第二次蒸馏结束。分析可见,在第二次蒸馏进程的40%~60%阶段,主要发酵香气物质的累积含量较为均衡。

考虑到第二次蒸馏是去除第一次蒸馏前3%的馏出液后进行的,主要发酵香气物质在第二次蒸馏开始前已经有了一定程度的减损,故二次蒸馏工艺应尽可能使酒身中保留更多的果香酯。根据香气物质的生成动力学特征,得到二次蒸馏的摘酒方案,即以第二次蒸馏前2%~5%的馏出液为酒头,80%后的馏出液为酒尾,其余部分为酒身。

2.2 香气特征与香气成分分析

按照确定的蒸馏摘取工艺方案,分别收集第二次蒸馏的馏出液,体积分数的前3%为酒头、3%~80%为酒身、80%~100%为酒尾,由专业品评小组

对酒头、酒身、酒尾进行感官量化,见图3。



* 为在 $P < 0.05$ 水平差异显著; ** 为 $P < 0.01$ 水平差异显著。

图3 户太8号葡萄蒸馏酒的感官量化分析

Fig.3 Aroma quantification of Hutai-8 grape distilled wine by sensory analysis

由图3可知,醇香和辛辣/刺鼻的气味特征在酒头和酒身中的MF值较高,显著高于酒尾。酒头和酒身中的酸果类香气特征较强;酒身和酒尾中的甜

果类香气特征显著低于酒头。酒尾中的蒸煮气味强度较高,其 *MF* 值与酒头、酒身中的 *MF* 值具有极其显著的差异。总体看来,酒头中的醇香和辛辣/刺鼻气味较为浓郁,酒身的醇香、果香特征较为均衡,酒

尾主要表现较强的蒸煮气味。
通过 GC-FID 分别测定二次蒸馏酒头、二次蒸馏酒身、二次蒸馏酒尾中主要发酵香气物质的浓度,见表 1^[20-23]。

表 1 户太 8 号葡萄蒸馏酒酒头、酒身、酒尾的主要发酵香气成分含量

香气物质	$\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$			气味描述	阈值
	酒头	酒身	酒尾		
乙酸乙酯	3 546. 94 ± 154. 77a	171. 35 ± 34. 28b	ND	果香、溶剂味	32. 6 ^[20]
乙酸异丁酯	5. 60 ± 0. 14a	0. 42 ± 0. 02b	ND	果香、苹果味、香蕉味	—
乙酸异戊酯	71. 63 ± 8. 86a	11. 15 ± 2. 04b	ND	果香、香蕉味	0. 245 ^[21]
丁酸乙酯	341. 62 ± 3. 35a	290. 62 ± 1. 64b	ND	果香、苹果味、草莓味	0. 009 5 ^[21]
己酸乙酯	10. 82 ± 1. 21a	1. 98 ± 0. 31b	ND	果香、花香	0. 03 ^[21]
辛酸乙酯	12. 78 ± 0. 59a	3. 42 ± 0. 51b	ND	花香、苹果味	0. 147 ^[21]
癸酸乙酯	4. 44 ± 0. 29a	1. 66 ± 0. 27b	ND	花香、果香	1. 12 ^[22]
乙酸苯乙酯	ND	1. 58 ± 0. 05	ND	花香、果香	0. 909 ^[20]
异丁醇	441. 25 ± 4. 56a	303. 95 ± 7. 63b	ND	杂醇和溶剂味	28. 3 ^[20]
异戊醇	1 075. 41 ± 64. 33b	1 207. 23 ± 50. 242a	10. 82 ± 0. 62c	辛辣、杂醇和溶剂味	179 ^[20]
苯乙醇	1. 14 ± 0. 04c	7. 81 ± 0. 67b	27. 81 ± 5. 28a	花香、玫瑰香	2. 6 ^[21]
辛酸	1. 20 ± 0. 09c	31. 22 ± 7. 13b	60. 46 ± 6. 55a	脂肪味、奶酪味、汗味	2. 7 ^[22]
癸酸	35. 54 ± 9. 98a	9. 46 ± 0. 82b	1. 51 ± 0. 08c	脂肪味、汗味	2. 8 ^[23]

不同字母表示同行数据差异显著 ($P < 0.05$); ND 表示没有检测到。

由表 1 可知,乙酸乙酯在酒头中的含量极高,远超其他果香酯;乙酸异丁酯在酒头中的含量很低,在酒身中的含量极低;丁酸乙酯在酒身中的含量高于其他酯类物质;乙酸苯乙酯仅在酒身中被检出;所有的果香酯在酒尾中均无法检出。异丁醇和异戊醇在酒头和酒身中的含量较高,实验中检测到异戊醇在酒身中的质量浓度高于 $1\,000\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$,远超其他香气物质。苯乙醇在酒尾中的含量较高,显著高于其在酒头和酒身中的含量。辛酸和癸酸是重要的中链脂肪酸,二者在酒头、酒身、酒尾的分布情况不同。辛酸含量在酒头、酒身、酒尾不断递增,而癸酸浓度则呈递减趋势。辛酸在酒头中的含量低于其气味阈值,这表示酒头中的蒸煮气味主要来源于癸酸。酒尾中检测到的发酵香气物质中,只有辛酸和苯乙醇的浓度高于其气味阈值,说明辛酸贡献了酒尾中显著的蒸煮气味。

3 讨 论

3.1 主要发酵香气物质在蒸馏过程中的馏出规律

研究发现随着蒸馏的进行,绝大多数的果香酯在蒸馏初期迅速累积,于前中期趋于稳定后,几乎无法继续检出。Xiang 等^[24]对刺葡萄蒸馏酒 27 个馏

分中的气味活性化合物进行分析,结果表明果香酯(如乙酸乙酯、乙酸异戊酯、丁酸乙酯、己酸乙酯和辛酸乙酯)、 C_{13} -去甲类异戊二烯、萜烯(如葡萄螺环、TPB、 α -萜品醇)和苯衍生物(如萘)的含量在蒸馏开始时急剧下降,但在蒸馏中后期缓慢下降,其在酒头和酒身的含量均高于酒尾。这些现象是由于它们的沸点相对较低,且乙醇分子的聚集降低了烷基链的疏水水合作用,从而增加了酯的溶解度^[25]。本实验中,乙酸苯乙酯在 2 次蒸馏中的累积模式与其他果香酯不同,这与其较高的沸点密切相关。异丁醇在酒头中的含量远远高于酒身和酒尾,且异戊醇在高级醇绝对含量中所占的比例最大,这些结果均与前人的报道一致^[26-28]。虽然异丁醇和异戊醇的沸点高于乙醇,但是由于其与乙醇之间具有较强的亲和力,它们可以形成共沸物而被同时蒸馏出来^[24]。相较于异丁醇和异戊醇,沸点更高的苯乙醇则在蒸馏中期和后期快速累积。不同于果香酯和高级醇,脂肪酸在蒸馏中期和后期含量迅速累积,这种增长模式与其高沸点和完全或部分溶于水的特性有关^[29]。值得注意的是,由于癸酸在乙醇中的溶解度远高于其在水中的溶解度,其在酒头中的含量显著高于其在酒身和酒尾中的含量^[30]。

3.2 主要发酵香气物质对蒸馏酒香气品质的影响

乙酸乙酯是蒸馏酒中果香酯的主要成分,低质量浓度($<200\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$)的乙酸乙酯能够带来令人愉快的水果香气,而当其质量浓度过高时则会产生刺鼻的溶剂味^[31]。户太8号蒸馏酒在酒头部分的不良风味,有可能是由于过高含量的乙酸乙酯带来的,其测定的质量在蒸馏初期就远超 $200\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。高级醇是影响蒸馏酒香气的关键因素之一。低含量的高级醇能够起到增加香气复杂度的作用,而当高级醇质量过高($>3\,500\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$)时,其尖锐刺鼻的气味就会掩盖蒸馏酒中的果香特征^[32]。过高质量的高级醇是导致户太8号蒸馏酒酒头产生辛辣、刺激味的重要原因。苯乙基类化合物赋予葡萄白兰地果香和花香,苯乙醇在户太8号葡萄蒸馏酒酒尾中的质量较高,是酒尾甜果香气的主要来源^[33]。脂肪酸是新鲜白兰地蒸馏酒中关键的气味活性物质^[34],通常存在于蒸馏酒的酒尾部分。由于其感官阈值较低,通常超过 $20\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的脂肪酸就能够带来汗味、脂肪味等令人不愉悦的气味^[35]。户太8号葡萄蒸馏酒的酒尾中检测到了较高浓度的辛酸,这是其存在蒸煮气味的主要成因。

许多蒸馏酒带有强烈的刺激性,这通常是由于酒头、酒身、酒尾截取不到位造成的^[36]。蒸馏初期酒中的果香酯和高级醇的含量较高,尤其是乙酸乙酯、丁酸乙酯、异丁醇和异戊醇,呈现出浓郁的溶剂味、水果味和辛辣味^[37]。本研究发现,乙酸异戊酯、乙酸异丁酯、辛酸乙酯、癸酸乙酯仅出现在蒸馏前期,且含量较低,但由于其气味阈值普遍较低,对蒸馏酒的整体香气贡献仍然显著。因此,为了使酒身的香气更加协调,应尽早截取酒头,以便尽可能多地保留果香酯。酒尾中存在大量的脂肪酸,使得酒尾具有更强烈的蒸煮特征。由本实验探究得出的蒸馏酒摘酒方法使得酒身中保留了适量的果香酯、高级醇和脂肪酸,经验证,与酒头和酒尾相比,酒身的辛辣、刺鼻、蒸煮味相对较弱,以果香和甜香为主,这很大程度上证明了主要发酵香气物质对鲜食葡萄蒸馏酒品质的重要影响。

4 结 论

研究旨在探究果香酯、高级醇和脂肪酸在户太8号葡萄白兰地蒸馏进程中的馏出规律,构建主要发酵香气物质的馏出动力学模型,并以此为基础优

化果香型鲜食葡萄蒸馏酒的酿造工艺。研究表明:13种发酵香气物质的绝对含量遵循S形增长。大多数果香酯在蒸馏起始阶段迅速累积,随后趋于稳定,于蒸馏前、中期停止累积;高级醇在蒸馏起始阶段生成,直到蒸馏后期才停止累积;脂肪酸主要在蒸馏的中、后期馏出累积。对酒头、酒身、酒尾进行感官量化分析,酒头辛辣刺激性气味和醇香突出,酒身具有平衡的醇香和果香特征,酒尾中蒸煮类气味显著。果香酯、高级醇和脂肪酸的浓度对蒸馏酒的香气品质影响显著,可作为完善蒸馏酒摘酒工艺的依据。综上,研究提供了一种新的蒸馏酒摘酒方法,即户太8号蒸馏酒工艺采取两次蒸馏法:摘去一次蒸馏馏出液的前3%,剩余馏出液进行二次蒸馏;以二次蒸馏前2%~5%的馏出液为酒头,80%~100%为酒尾,其余部分为酒身。该研究结果可为果香型鲜食葡萄蒸馏酒的生产工艺提供数据支撑和技术指导。

参考文献:

- [1] 国家统计局. 国家数据[EB/OL]. [2023-05-01]. <https://data.stats.gov.cn/search.htm?s=%E8%91%A1%E8%90%84>.
- [2] YAO H, JIN X Q, FENG M X, et al. Evolution of volatile profile and aroma potential of table grape Hutai-8 during berry ripening[J]. Food Research International, 2021, 143: 110330.
- [3] LI N, WANG L Y, YIN J, et al. Adjustment of impact odorants in Hutai-8 rose wine by co-fermentation of *Pichia fermentans* and *Saccharomyces cerevisiae*[J]. Food Research International, 2022, 153: 110959.
- [4] 梁艳英, 张莉, 王华. “户太8号”葡萄及其冰酒特性研究[J]. 中国酿造, 2013, 32(1): 90-93.
LIANG Y Y, ZHANG L, WANG H. Icewine vinification characteristics of the ‘Hutai No. 8’ grape[J]. China Brewing, 2013, 32(1): 90-93.
- [5] 崔长伟, 李洋, 李雅善, 等. ‘户太八号’与‘北冰红’混合酿造起泡葡萄酒研究[J]. 中外葡萄与葡萄酒, 2019(1): 6-11.
CUI C W, LI Y, LI Y S, et al. Study on mixed fermentation sparkling wine by ‘Hutai 8’ and ‘Beibinghong’[J]. Sino-Overseas Grapevine & Wine, 2019(1): 6-11.
- [6] 袁林. 公酿一号与爱格丽、媚丽、户太八号混酿葡萄酒研究[D]. 杨凌: 西北农林科技大学, 2020.
YUAN L. Study on blend wine of Gongniang No. 1 with Ecolly, Meili and Hutai No. 8[D]. Yangling: Northwest A&F University, 2020.

- [7] SONG C Z, ZUO L L, SHI P B, et al. Aroma characterization of Chinese Hutai-8 wines: comparing with Merlot and Cabernet Sauvignon wines[J]. *Scientia Horticulturae*, 2015, 194: 237 – 245.
- [8] KUI L, TANG M, DUAN S C, et al. Identification of selective sweeps in the domesticated table and wine grape (*Vitis vinifera* L.) [J]. *Frontiers in Plant Science*, 2020, 11: 572.
- [9] 曹佩佩. 鲜食葡萄及其蒸馏酒的品质分析[D]. 杨凌: 西北农林科技大学, 2021.
- CAO P P. Quality analysis of table grapes and their distilled liquors[D]. Yangling: Northwest A&F University, 2021.
- [10] RISNER D, TOMASINO E, HUGHES P, et al. Volatile aroma composition of distillates produced from fermented sweet and acid whey[J]. *Journal of Dairy Science*, 2019, 102(1): 202 – 210.
- [11] 郑福平, 马雅杰, 侯敏, 等. 世界 6 大蒸馏酒香气成分研究概况与前景展望[J]. *食品科学技术学报*, 2017, 35(2): 1 – 12.
- ZHENG F P, MA Y J, HOU M, et al. Progress and prospect in aroma components in top six distilled spirits [J]. *Journal of Food Science and Technology*, 2017, 35(2): 1 – 12.
- [12] SPAHO N, DUKIC-RATKOVIĆ D, NIKIĆEVIĆ N, et al. Aroma compounds in barrel aged apple distillates from two different distillation techniques[J]. *Journal of the Institute of Brewing*, 2019, 125(3): 389 – 397.
- [13] TENORIO L M S, BATISTA F R, MONTEIRO S. Non-conventional cuts in batch distillation to Brazilian spirits (cachaça) production: a computational simulation approach[J]. *Processes*, 2023, 11(1): 74.
- [14] DOUADY A, PUENTES C, AWAD P, et al. Batch distillation of spirits: experimental study and simulation of the behaviour of volatile aroma compounds[J]. *Journal of the Institute of Brewing*, 2019, 125(2): 268 – 283.
- [15] TIAN T T, RUAN S L, ZHAO Y P, et al. Multi-objective evaluation of freshly distilled brandy: characterisation and distribution patterns of key odour-active compounds [J]. *Food Chemistry: X*, 2022, 14: 100276.
- [16] SATORA P, KOSTRZ M, SROKA P, et al. Chemical profile of spirits obtained by spontaneous fermentation of different varieties of plum fruits[J]. *European Food Research and Technology*, 2017, 243(3): 489 – 499.
- [17] 刘浩. 葡萄模拟发酵体系中香气糖苷水解及发酵香气成分生成的动力学特征[D]. 杨凌: 西北农林科技大学, 2016.
- LIU H. Kinetic characteristics of hydrolysis of grape aroma glycosides and production of fermentative aromas during stimulated fermentation process[D]. Yangling: Northwest A&F University, 2016.
- [18] 李文艳, 徐雅强, 王凌云, 等. 户太 8 号桃红葡萄酒贮藏期香气物质损失及添加剂护香效果分析[J]. *食品科学技术学报*, 2023, 41(1): 135 – 142.
- LI W Y, XU Y Q, WANG L Y, et al. Aroma substances decline of Hutai-8 rose wine during storage and analysis of aroma protection effects of additives treatments[J]. *Journal of Food Science and Technology*, 2023, 41(1): 135 – 142.
- [19] 袁春龙, 任亚梅, 房玉林, 等. 一种玫瑰香型葡萄蒸馏酒的生产方法: CN107904060A[P]. 2018 – 04 – 13.
- YUAN C, REN Y, FANG Y, et al. A production method of Muscat grape distilled wine: CN107904060A [P]. 2018 – 04 – 13.
- [20] GAO W J, FAN W L, XU Y. Characterization of the key odorants in light aroma type Chinese liquor by gas chromatography-olfactometry, quantitative measurements, aroma recombination, and omission studies[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2014, 62(25): 5796 – 5804.
- [21] POISSON L, SCHIEBERLE P. Characterization of the key aroma compounds in an American bourbon whisky by quantitative measurements, aroma recombination, and omission studies[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2008, 56(14): 5820 – 5826.
- [22] WANG X X, FAN W L, XU Y. Comparison on aroma compounds in Chinese soy sauce and strong aroma type liquors by gas chromatography-olfactometry, chemical quantitative and odor activity values analysis[J]. *European Food Research and Technology*, 2014, 239(5): 813 – 825.
- [23] WILLNER B, GRANVOGL M, SCHIEBERLE P. Characterization of the key aroma compounds in Bartlett pear brandies by means of the sensomics concept[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2013, 61(40): 9583 – 9593.
- [24] XIANG X F, LAN Y B, GAO X T, et al. Characterization of odor-active compounds in the head, heart, and tail fractions of freshly distilled spirit from Spine grape (*Vitis davidii* Foex) wine by gas chromatography-olfactometry and gas chromatography-mass spectrometry[J]. *Food Research International*, 2020, 137: 109388.
- [25] VILLAMOR R R, ROSS C F. Wine matrix compounds affect perception of wine aromas[J]. *Annual Review of*

- Food Science and Technology, 2013, 4: 1–20.
- [26] GARCÍA-LLOBODANIN L, ACHAERANDIO I, FERRANDO M, et al. Pear distillates from pear juice concentrate: effect of lees in the aromatic composition[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2007, 55(9): 3462–3468.
- [27] CABAROGLU T, YILMAZTEKIN M. Methanol and major volatile compounds of Turkish raki and effect of distillate source[J]. Journal of the Institute of Brewing, 2011, 117(1): 98–105.
- [28] RAIČEVIĆ D, POPOVIĆ T, JANIĆ D, et al. The impact of type of brandy on the volatile aroma compounds and sensory properties of grape brandy in Montenegro[J]. Molecules, 2022, 27(9): 2974.
- [29] LÉAUTÉ R. Distillation in alambic[J]. American Journal of Enology and Viticulture, 1990, 41(1): 90–103.
- [30] SERAFIM F A T, BUCHVISER S F, GALINARO C A, et al. Organic acids in sugarcane spirits' fractions produced in stills and columns[J]. Química Nova, 2011, 34(1): 28–39.
- [31] BALCEREK M, PIELECH-PRZYBYLSKA K, PATELSKI P, et al. The effect of distillation conditions and alcohol content in 'heart' fractions on the concentration of aroma volatiles and undesirable compounds in plum brandies[J]. Journal of the Institute of Brewing, 2017, 123(3): 452–463.
- [32] TSAKIRIS A, KALLITHRAKA S, KOURKOUTAS Y. Grape brandy production, composition and sensory evaluation[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2014, 94(3): 404–414.
- [33] KONG C L, LI A H, SU J, et al. Flavor modification of dry red wine from Chinese spine grape by mixed fermentation with *Pichia fermentans* and *S. cerevisiae* [J]. LWT-Food Science and Technology, 2019, 109: 83–92.
- [34] MALFONDET N, GOURRAT K, BRUNERIE P, et al. Aroma characterization of freshly-distilled French brandies; their specificity and variability within a limited geographic area[J]. Flavour and Fragrance Journal, 2016, 31(5): 361–376.
- [35] FRANITZA L, GRANVOGL M, SCHIEBERLE P. Influence of the production process on the key aroma compounds of rum: from molasses to the spirit[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2016, 64(47): 9041–9053.
- [36] SPAHO N, DÜRR P, GRBA S, et al. Effects of distillation cut on the distribution of higher alcohols and esters in brandy produced from three plum varieties[J]. Journal of the Institute of Brewing, 2013, 119(1/2): 48–56.
- [37] HE F, YANG S Q, ZHANG G H, et al. Exploration of key aroma active compounds in strong flavor Baijiu during the distillation by modern instrument detection technology combined with multivariate statistical analysis methods[J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2022, 110: 104577.

Research on Distillation Kinetics of Major Fermentative Aroma Compounds During Distillation of Table Grape Brandy

LI Guanyu¹, WANG Yao¹, YIN Jian¹, ZHANG Yonggang², WANG Lingyun³,
LI Aihua⁴, TAO Yongsheng^{1,5,*}

(1. College of Enology, Northwest A&F University, Yangling 712100, China;

2. Shaanxi Danfeng Wine Co. Ltd., Danfeng 726200, China;

3. Shangluo Guidance Center for Special Industry and Leisure Agriculture, Shangluo 726000, China;

4. College of Food Science and Technology, Northwest A&F University, Yangling 712100, China;

5. Shaanxi Key Laboratory for Viti-Viniculture, Yangling 712100, China)

Abstract: Grape brandy brewing was carried out using the table Hutai-8 grapes, primarily cultivated in Shaanxi, China. Distillation characteristics of the main fermentation aroma compounds during distillation

significant impact on BAC ($P > 0.05$). The relative standard deviation of BAC measured using the optimized method was less than 5%. There was no significant difference between after drinking comfort index of the same Baijiu measured by different volunteers and the mean value of 89.3 ± 0.8 ($P > 0.05$), indicating that the evaluation model had good reproducibility. The comfort index after drinking 11 kinds of Baijiu among the 12 flavor Baijiu determined by evaluation model were significantly different from that of super grade alcohol group ($P < 0.05$). The correlation analysis showed that comfort index after drinking Baijiu was significantly negatively correlated with content of acetaldehyde, acetal, ethyl formate, ethyl acetate, ethyl isovalerate, and isoamyl alcohol ($P < 0.01$), and negatively correlated with the content of isovaleraldehyde, ethyl butyrate, *n*-propanol, *n*-amyl alcohol, and acetic acid ($P < 0.05$). Among them, isoamyl alcohol had the greatest negative effect on comfort index after drinking Baijiu. The logarithm of the total amount of flavor components negatively correlated with comfort index after drinking was used for polynomial fitting, and the regression equation $y = -5.453 + 66.605x - 7.137x^2$ ($R^2 = 0.849$, $P < 0.01$) was obtained. There was no significant difference between comfort index predicted by the regression equation and the measured value ($P > 0.05$). The research offered certain reference value for evaluation of comfort of solid Baijiu after drinking.

Keywords: Baijiu; comfort after drinking; flavor components; correlation analysis; evaluation method

(责任编辑:李 宁)

(上接第 57 页)

process was investigated. After natural clarification of the grape wine, the first distillation was performed, discarding the first 3% of distillate, and followed by the second distillation. In both distillations, the content of fruity esters, higher alcohols, and fatty acids in the distillate were monitored using GC-FID to study the distillation kinetics characteristics during distillation. Sensory quantitative analysis was conducted to assess the aroma characteristics of the distillation head, heart, and tail. The results indicated that most fruity esters rapidly accumulated during the initial stages of distillation in two distillation runs, reached stability thereafter and ceased accumulation in the middle stages of distillation. Higher alcohols were distilled from the beginning to the end of distillation runs, while fatty acids were primarily distilled in the middle to later stages. Analysis reveals that during the 40% to 60% stage of the second distillation, the main fermentation aroma compounds were distilled, showing a relatively balanced distribution. Sensory analysis revealed a pronounced spiciness in the head, harmonious fruity and alcoholic notes in the heart, and a distinct cooked aroma in the tail. Overall, the optimal distillation process for Hutai-8 grape brandy involved discarding the first 3% of distillate from the first distillation and conducting the second distillation with the remaining distillate. The initial 2% to 5% of the second distillate could be considered as head, the final 20% as tail, and the intermediary portion as heart. These findings provided technical guidance for the distillation process of grape brandy, particularly in selecting fractions during distillation.

Keywords: brandy; distilled spirits; fruity esters; fermentative aroma compounds; dynamic model

(责任编辑:李 宁)