

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20231224001

刺梨米酒酿造工艺优化及风味物质分析

黄娟¹, 贡湘磊^{1*}, 张方宏²

(1. 江苏旅游职业学院烹饪科技学院, 扬州 225000; 2. 扬州大学食品科学与工程学院, 扬州 225100)

摘要: **目的** 优化刺梨米酒酿造工艺, 分析其风味物质。**方法** 以刺梨与糯米为主要原料酿制刺梨米酒, 研究刺梨添加量、发酵时间、发酵温度、酵母接种量对刺梨米酒感官评分及酒精度的影响, 在单因素试验基础上通过正交试验优化刺梨米酒酿制工艺, 并通过顶空固相微萃取-气相色谱-质谱法(headspace solid phase microextraction with gas chromatography-mass spectrometry, HS-SPME-GC-MS)检测刺梨米酒中挥发性风味物质。**结果** 刺梨米酒的最优酿造工艺是刺梨添加量为 20%, 发酵时间为 12 d, 发酵温度为 28°C, 酵母接种量为 0.4%, 感官评分为 96.8 分, 酒精度为 15.8%vol。在刺梨米酒中共检出 45 种挥发性风味物质, 醇类(13 种)、酮类(5 种)、酯类(16 种)、酸类(7 种)、其他类(4 种)分别占挥发性成分总比的 61.13%、2.41%、26.71%、4.35%、1.72%。这些挥发性成分共同赋予刺梨米酒独特香气。**结论** 在此工艺条件下酿制的刺梨米酒感官评分最高, 具有独特香味。

关键词: 刺梨; 糯米; 酿造工艺; 挥发性风味物质

Optimization of brewing technology and analysis of flavor substances of *Rosa roxbunghii* rice wine

HUANG Juan¹, GONG Xiang-Lei^{1*}, ZHANG Fang-Hong²

(1. College of Culinary Technology, Jiangsu Vocational College of Tourism, Yangzhou 225000, China;
2. College of Food Science and Engineering, Yangzhou University, Yangzhou 225100, China)

ABSTRACT: Objective To optimize the brewing process of *Rosa roxbunghii* rice wine and analyze its flavor substances. **Methods** *Rosa roxbunghii* rice wine was made from *Rosa roxbunghii* and glutinous rice. The effects of *Rosa roxbunghii* addition amount, fermentation time, fermentation temperature and yeast inoculation amount on sensory score and alcohol content of *Rosa roxbunghii* rice wine were studied. The brewing process of *Rosa roxbunghii* rice wine was optimized by orthogonal test on the basis of single factor test, and the volatile flavor substances in *Rosa roxbunghii* rice wine were detected by headspace solid phase microextraction with gas chromatography-mass spectrometry (HS-SPME-GC-MS). **Results** The optimal brewing process of *Rosa roxbunghii* rice wine was as follows: The content of *Rosa roxbunghii* rice wine was 20%, the fermentation time was 12 d, the fermentation temperature was 28°C, the yeast inoculation amount was 0.4%, the sensory score of *Rosa roxbunghii* rice wine was 96.8, and the alcohol content was 15.8%vol. A total of 45 volatile flavor substances were detected in

基金项目: 江苏省自然科学基金项目(2022NSFSC0105)、江苏省科技攻关项目(2022YFN0016)

Fund: Supported by the Natural Science Foundation of Jiangsu Province (2022NSFSC0105), and the Jiangsu Province Science and Technology Research Project (2022YFN0016)

*通信作者: 贡湘磊, 硕士, 讲师, 主要研究方向为食品科学应用及功能食品研发。E-mail: xinlu0202@126.com

*Corresponding author: GONG Xiang-Lei, Master, Lecturer, Jiangsu Tourism Vocational College, No.88 Yuxiu Road, Hanjiang District, Yangzhou 225000, China. E-mail: xinlu0202@126.com

Rosa roxbunghii rice wine, of which alcohols (13), ketones (5), esters (16), acids (7) and other types (4) accounted for 61.13%, 2.41%, 26.71%, 4.35% and 1.72%, respectively. These volatile components together give *Rosa roxbunghii* rice wine its unique aroma. **Conclusion** The *Rosa roxbunghii* pear rice wine made under this technological condition has the highest sensory score and unique flavor.

KEY WORDS: *Rosa roxbunghii*; sticky rice; brewing process; volatile flavor substance

0 引 言

刺梨(*Rosa roxbunghii*)为蔷薇科多年生落叶灌木缫丝花的果实^[1-2], 又名山王果、刺莓果、佛朗果, 是一种稀有的滋补健身的营养珍品, 被誉为“维 C 之王”^[3-4], 生于海拔 500~2500 m 的向阳山坡、沟谷、路旁以及灌木丛中^[5-6]。刺梨是一种药食同源植物, 具有丰富的营养价值与药用价值, 可作为天然绿色保健品的优质原材料, 其果实富含维生素 C、黄酮、超氧化物歧化酶(superoxide dismutase, SOD)、多糖、粗纤维等功能活性成分^[7-8], 因而具有降血糖血脂、抗动脉硬化、延缓衰老、抗疲劳、抗氧化等药理作用^[9-10], 极具开发潜力。国内外学者将一些药食同源的植物作为酿酒原料应用于酿酒产业已成为当今研究的热点。于华等^[11]以猕猴桃与糯米为主要原料酿制猕猴桃米酒, 其最优酿造工艺为猕猴桃汁添加量 35%、发酵时间 12 d、发酵温度 30℃、蔗糖添加量 9%, 在该条件下酿造猕猴桃米酒酒精度为 12.5%vol, 感官评分最高, 且具有 31 种风味物质赋予米酒独特的香气。黄和升等^[12]以糯米与金蝉花为主要原料, 通过单因素试验研究发酵时间、发酵温度、金蝉花添加量对金蝉花米酒感官品质的影响。但是, 目前对刺梨的研究主要集中于刺梨中总黄酮提取及其抗氧化活性的研究等方面, 有关刺梨米酒酿造工艺的研究鲜有报道, 研究单一不利于刺梨产业的可持续发展。

鉴于此, 本研究以刺梨与糯米为主要原料酿制刺梨米酒, 通过正交试验对其酿造工艺进行优化, 并对其挥发性风味物质进行检测分析。该研究以期丰富米酒的种类, 促进刺梨的深加工, 进一步提高米酒保健功效, 对刺梨加工业具有重要意义。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

鲜刺梨、糯米: 市售; 安琪酒曲: 市售。

甲基橙、酒石酸(分析纯, 淄博科晓仪器有限公司); 乙酸锌(分析纯, 苏州云景化工科技有限公司); 氢氧化钠(分析纯, 连云港冠苏实业有限公司); 浓硫酸(分析纯, 成都仁信源科技有限公司); 无水乙醇(分析纯, 苏州华航化工科技有限公司); 酚酞指示液(分析纯, 山东省冶金科学

研究院有限公司); 乙腈、丙酮(色谱纯, 山东启星化工有限公司); 纤维素酶(30000 U/g, 江苏清丰食品有限公司); 淀粉酶(100000 U/g, 潍坊瑞辰生物科技有限公司); 糖化酶(80000 U/g, 上海酶联生物有限公司)。

1.2 仪器与设备

TQ-8050 气相色谱质谱仪(日本 Shimadzu 公司); WA185 电子秤(感量 0.001 g, 广州仪通兴仪器仪表有限公司); AM750S 粉碎仪[蚂蚁源科学仪器(北京)有限公司]; SP-752 紫外可见分光光度计(上海光谱仪器有限公司); LAUDA Integral XT 反应釜专用工艺过程恒温系统(上海书俊仪器设备有限公司); BOD 恒温培养箱[宾德环境试验设备(上海)有限公司]; HX-PC2L 破壁机(上海沪析实业有限公司); DB-WAX 毛细管色谱柱(30 m×0.32 mm, 0.50 μm, 日本岛津公司)。

1.3 试验方法

1.3.1 刺梨米酒酿造工艺流程

刺梨→打碎→纤维素酶酶解→高温蒸煮→刺梨辅料 酵母活化
糯米→洗净→浸泡→沥干→蒸煮→冷却→混匀→液化→糖化→灭酶→拌曲→发酵→过滤→静置澄清→装罐→灭菌→成品

1.3.2 操作要点

刺梨的预处理: 将鲜刺梨去除刺、叶托以及刺梨籽洗净后用破壁机打碎, 加入 0.5%纤维素酶(食用级, 30000 U/g), 于 30℃环境中酶解 3 h, 酶解完毕后放入 150℃高压锅中进行高温蒸煮, 冷却后即得刺梨辅料。

糯米蒸煮: 取一定量的糯米进行淘洗、沥干; 取出沥干糯米按照料液比 1:2 (g/mL, 下同)加入水进行浸泡 12 h, 将糯米捞出沥干后蒸煮 1.5 h。

液化、糖化: 将刺梨辅料与糯米饭混匀后进行液化与糖化。向其原料中添加 0.1% α-淀粉酶到原料中, 再次混匀, 在 50℃环境中反应 2 h。继续添加 0.9%糖化酶混匀, 在 60℃环境中反应 3 h。

酵母活化: 将安琪酒曲用 2%葡萄糖溶液以料液比 1:10 混匀; 混匀后于 36℃环境中进行 30 min 活化酵母。

刺梨米酒的发酵: 将原料与活化后的酵母进行拌曲处理, 混匀后将其放入恒温发酵箱中进行刺梨米酒的发酵。

过滤、灭菌: 将发酵液采用纱布进行过滤处理; 过滤完毕后静置澄清进行灌装, 于 100℃环境中进行高温灭菌,

即得成品刺梨米酒。

1.3.3 刺梨米酒酿造工艺优化

(1) 单因素试验

分别选取刺梨添加量、发酵时间、发酵温度、酵母接种量为单因素, 固定发酵时间 12 d、发酵温度 28°C、酵母接种量 0.4%, 分别考察刺梨添加量(10%、20%、30%、40%、50%)对刺梨米酒感官评分的影响; 固定刺梨添加量 30%、发酵温度 28°C、酵母接种量 0.4%, 分别考察发酵时间(8、10、12、14、16 d)对刺梨米酒感官评分的影响; 固定刺梨添加量 30%、发酵时间 12 d、酵母接种量 0.4%, 分别考察发酵温度(24、26、28、30、32°C)对刺梨米酒感官评分的影响; 固定刺梨添加量 30%、发酵时间 12 d、发酵温度 28°C, 分别考察酵母接种量(0.1%、0.2%、0.3%、0.4%、0.5%)对刺梨米酒感官评分的影响。

(2) 正交试验

在单因素试验基础上, 以刺梨米酒感官评分为指标, 对所考察的因素进行 4 因素 3 水平 $L_9(3^4)$ 正交试验, 其因素水平设计见表 1。

表 1 $L_9(3^4)$ 正交试验因素水平
Table 1 $L_9(3^4)$ orthogonal test factor levels

水平	因素			
	A: 刺梨添加量/%	B: 发酵时间/d	C: 发酵温度/°C	D: 酵母接种量/%
1	20	10	26	0.3
2	30	12	28	0.4
3	40	14	30	0.5

1.3.4 刺梨米酒产品品质评价

(1) 感官试验

选择 20 名经过专业培训的人员组成感官评定小组, 根据 GB/T 10345—2022《白酒分析方法》对刺梨米酒的外观(10 分)、香气(30 分)、口感(40 分)、典型性(20 分)进行感官评分, 其总分为 100 分, 感官评分标准见表 2。

(2) 酒精度的分析

酒精度的测定根据 GB 5009.225—2016《食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定》(第三法 气相色谱法)。

1.3.5 风味物质的分析

挥发性风味物质测定采用顶空固相微萃取-气相色谱质谱法(headspace solid phase microextraction with gas chromatography-mass spectrometry, HS-SPME-GC-MS)^[13-17]。分别检测刺梨米酒(其编号为 S_1 ; 刺梨添加量为 20%, 发酵时间为 12 d, 发酵温度为 28°C, 酵母接种量为 0.4%)、刺梨酒(其编号为 S_2 ; 刺梨添加量为 100%, 发酵时间为 12 d, 发酵温度为 28°C, 酵母接种量为 0.4%)、糯米酒(其编号为 S_3 ; 糯米加量为 100%, 发酵时间为 12 d, 发酵温度为 28°C, 酵母接种量为 0.4%)的香气成分。其仪器条件如下:

表 2 刺梨米酒的感官评分标准

Table 2 Sensory evaluation criteria of *Rosa roxbunghii* rice wine

项目	感官标准	分值
外观 (10 分)	澄清, 清亮透明, 有光泽, 色泽诱人	8~10
	澄清, 无悬浮物, 色泽较好	4~7
	浑浊, 质地不均匀, 色泽差	1~3
香气 (30 分)	清香纯正, 具有糯米酒及刺梨的香气, 酒香及纯香浓郁, 具有多种香气形成的幽雅、舒适、和谐的自然复合香, 空杯留香持久	20~30
	具有糯米酒及刺梨的香气, 酒香及纯香不浓郁	10~19
	无刺梨的独特香气, 酒香不足且有异味	1~9
口感 (40 分)	醇厚绵甜, 丰满细腻, 协调爽净, 回味绵延悠长	31~40
	口感爽净, 风味较柔和, 酒味淡薄	21~30
	酸度不适, 酒体寡淡, 协调性差, 带有苦涩味	1~20
典型性 (20 分)	有着明显的刺梨独特香味, 酒香典型明确	13~20
	酒体较协调, 酒体风格不够突出	7~12
	具有较少或无刺梨酒典型风味	1~6

(1) 顶空固相萃取

吸取 5 mL 刺梨米酒样品入 20 mL 顶空瓶中, 加盖密封, 于 40°C 搅拌平衡 15 min 后, 将已老化处理的固相微萃取器插入于顶空瓶中样品上方, 萃取吸附条件为 50°C、50 min。

(2) 气相色谱条件

色谱柱选用: DB-WAX (30 m×0.32 mm, 0.50 μm); 初始柱流量: 1.05 mL/min; 柱温程序: 初始温度为 50°C, 保留 5 min, 以 10°C/min 升温至 250°C, 保留 15 min。

(3) 质谱条件

离子源: 电子电离源(electron ionization, EI); 离子源温度: 200°C; 接口温度: 250°C; 扫描质量范围: 25~500 amu。对得到的色谱峰进行检索, 对比 Nist 2017s 标准质谱图, 通过匹配度确定其化学成分; 利用峰面积归一法计算香气成分的相对含量。

1.4 数据处理

重复 3 次试验, 使用 GraphPad Prism 8.0.1 软件制图, 采用 SPSS 19.0 进行数据分析, Duncan 方法进行统计学分析, 以 $P < 0.05$ 表示具有显著差异。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

2.1.1 刺梨添加量的确定

由图 1 可知, 随着刺梨添加量在 10%~50% 范围内增加, 刺梨米酒的感官评分与酒精度都呈现出先上升后下降

的趋势。当刺梨添加量为 30% 时, 刺梨米酒的感官评分最高, 其分值为 90 分; 当刺梨添加量为 40% 时, 刺梨米酒的酒精度最高, 其值为 14.2%vol。刺梨作为刺梨米酒的原料之一, 它的用量直接影响其品质。刺梨添加量过少, 酒液主体香为糯米酒香, 缺乏刺梨特有香气成分; 刺梨添加量过多, 酒液主体香为刺梨果味香, 口感酸涩; 当刺梨添加量为 30% 时, 酒液香味互相兼容, 既有糯米酒醇香, 又有刺梨的清香。因此, 刺梨添加量选择 30% 为宜。

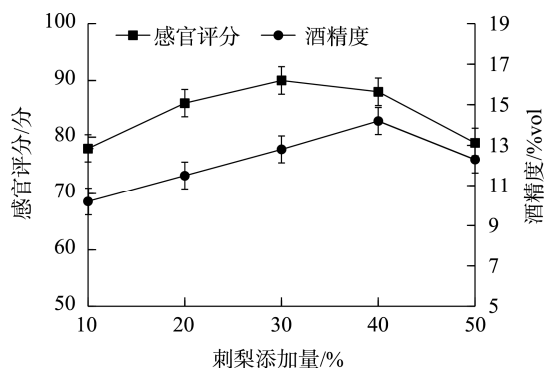


图1 刺梨添加量对刺梨米酒品质的影响

Fig.1 Effects of addition amount on the quality of *Rosa roxbunghii* rice wine

2.1.2 发酵时间的确定

由图 2 可知, 随着发酵时间在 8~16 d 范围内增加, 刺梨米酒的感官评分与酒精度都呈现出先上升后下降的趋势。当发酵时间在 8~12 d 范围内增加时, 刺梨米酒感官评分呈上升趋势, 酒液口感酸涩逐渐退化; 当发酵时间在 12~16 d 范围内增加时, 刺梨米酒感官评分呈下降趋势, 酒液糯米香越发浓郁, 香气成分随着发酵时间增加越发单一。当发酵时间为 12 d 时, 刺梨米酒感官评分与酒精度均达到最大值, 其值分别为 96 分、15.3%vol; 酒液口感柔和; 其香气成分相互兼容, 具有刺梨与糯米酿造后特有清香。发酵时间过短或过长都会影响其感官品质及风味特性。因此, 发酵时间选择 12 d 为宜。

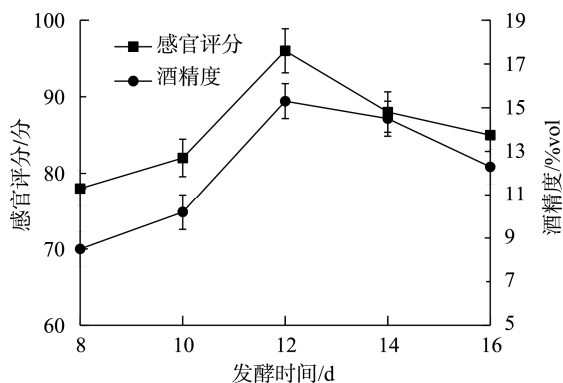


图 2 发酵时间对刺梨米酒品质的影响

Fig.2 Effects of fermentation time on the quality of *Rosa roxbunghii* rice wine

2.1.3 发酵温度的确定

由图 3 可知, 在发酵温度为 24~32°C 范围内增加时, 刺梨米酒的感官评分与酒精度都呈现出先上升后下降的趋势。当发酵温度为 28°C 时, 刺梨米酒的感官评分与酒精度均达到最大值, 其值分别为 95 分、15.2%vol; 此时酒液色泽澄清, 清香浓郁, 具有多种香气形成的幽雅、舒适、和谐的自然复合香。发酵温度过低或过高都会抑制酵母的生长, 从而影响刺梨米酒的酒精度及感官评分。因此, 发酵温度选择 28°C 为宜。

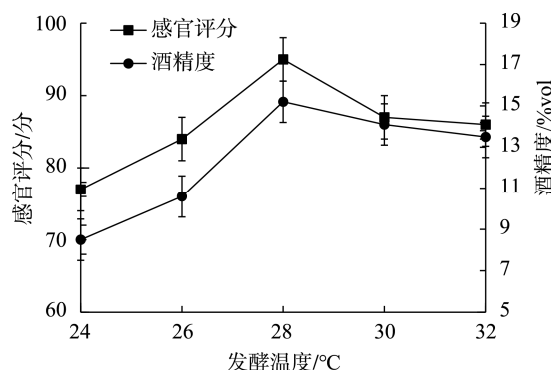


图3 发酵温度对刺梨米酒品质的影响

Fig.3 Effects of fermentation temperature on the quality of *Rosa roxbunghii* rice wine

2.1.4 酵母接种量的确定

由图 4 可知, 在酵母接种量为 0.1%~0.5% 范围内增加时, 刺梨米酒的感官评分呈现出先上升后下降的趋势, 其原因可能是酵母接种量小于 0.4% 时, 刺梨米酒原料发酵不完全, 导致酒液酒精度过低; 且口感苦涩, 酒香气味较淡。当酵母接种量大于 0.4% 时, 短时间内酒液中酒精度迅速增加, 会导致部分酵母发生衰老和死亡, 因此酒液中具有酵母味, 会影响刺梨米酒感官评分。当酵母接种量为 0.4% 时, 酿造的刺梨米酒口感柔和、澄清透明、具有刺梨与糯米发酵后特有的清香。因此, 酵母接种量选择 0.4% 为宜。

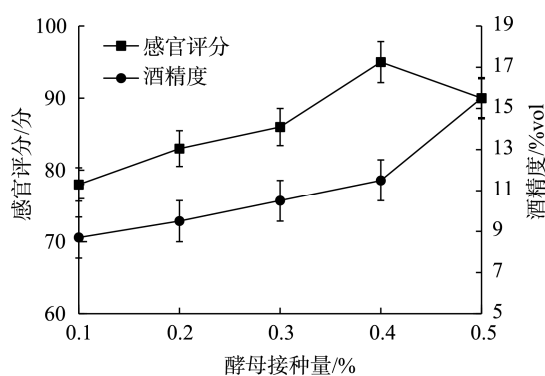


图4 酵母接种量对刺梨米酒品质的影响

Fig.4 Effects of yeast inoculation amount on the quality of *Rosa roxbunghii* rice wine

2.2 正交试验结果

以刺梨添加量(A)、发酵时间(B)、发酵温度(C)、酵母接种量(D)为单因素,以刺梨米酒感官评分为考核指标。在单因素试验基础上,进行 4 因素 3 水平 $L_9(3^4)$ 正交试验,其结果见表 3。

表 3 刺梨米酒酿造工艺优化正交试验结果及分析
Table 3 Results and analysis of orthogonal experiment on optimization of brewing process of roxburgh rice wine

试验号	A	B	C	D	感官评分/分
1	1	1	1	1	78
2	1	2	2	2	96
3	1	3	3	3	86
4	2	1	2	3	81
5	2	2	3	1	85
6	2	3	1	2	82
7	3	1	3	2	83
8	3	2	1	3	81
9	3	3	2	1	82
k_1	86.7	80.7	80.3	81.7	
k_2	82.7	87.3	86.3	87.0	
k_3	82.0	83.3	84.7	82.7	
R	4.0	6.7	6.0	5.3	
最优组合	$A_1B_2C_2D_2$				

由表 4 可知,刺梨米酒酿造工艺最优组合条件参数为 $A_1B_2C_2D_2$,即刺梨添加量为 20%,发酵时间为 12 d,发酵温度

为 28℃,酵母接种量为 0.4%。由极差值 R 大小可知^[18-20],影响刺梨米酒感官评分的主要因素顺序为 $B>C>D>A$,即发酵时间>发酵温度>酵母接种量>刺梨添加量。在该优化条件参数下进行验证试验,做 3 次平行试验,以平均值计,则刺梨米酒感官评分为 96.8 分,酒精度为 15.8%vol;在该条件下酿造的酒液具有刺梨与糯米酿造后独特香味,清香纯正,具有多种香气形成的幽雅、舒适、和谐的自然复合香。

2.3 刺梨米酒风味物质分析

采用 HS-SPME-GC-MS 法分别对 3 种不同酿造酒(编号: S_1 、 S_2 、 S_3)进行香味成分测定,其测定结果见表 4。由表 4 可知,其中 S_1 酿造酒共检出挥发性风味物质 45 种,醇类(13 种)、酮类(5 种)、酯类(16 种)、酸类(7 种)、其他类(4 种)分别占总挥发性成分的 61.13%、2.41%、26.71%、4.35%、1.72%; S_2 酿造酒共检出挥发性风味物质 28 种,醇类(7 种)、酮类(3 种)、酯类(10 种)、酸类(6 种)、其他类(2 种)分别占总挥发性成分的 68.48%、2.32%、18.00%、4.44%、0.28%; S_3 酿造酒共检出挥发性风味物质 33 种,醇类(10 种)、酮类(3 种)、酯类(11 种)、酸类(6 种)、其他类(3 种)分别占总挥发性成分的 77.36%、4.43%、8.20%、5.36%、0.58%;在所检测出的 5 类物质中醇类含量最高,在酿造酒中主要呈现清香、植物香和水果香;酮类化合物相对含量较低在酿造酒中主要提供令人愉悦青草味;酯类化合物在酿造酒风味中主要呈现花香味;这些风味化合物共同赋予了酿造酒独特的香味品质。

表 4 3 种酿造酒风味物质分析

Table 4 Analysis of flavor substances of 3 kinds of brewing wine

分类	编号	中文名	CAS 号	分子式	气味特征 ^[21-30]	相对含量/%		
						S_1	S_2	S_3
醇类化合物	1	乙醇	64-17-5	C_2H_6O	有酒的气味和刺激辛辣味	53.21	62.21	68.12
	2	仲丁醇	78-92-2	$C_4H_{10}O$	水果香、花香	1.21	-	0.54
	3	甲基丙二醇	115-69-5	$C_4H_{11}NO_2$	柑橘香、菠萝香	-	-	2.21
	4	2-甲基-3-丁烯-2-醇	115-18-4	$C_5H_{10}O$	青草香	0.64	0.25	-
	5	2-戊醇	6032-29-7	$C_5H_{12}O$	蘑菇香	1.45	0.51	-
	6	异戊醇	123-51-3	$C_5H_{12}O$	香草味、清香味	-	2.31	1.21
	7	正己醇	111-27-3	$C_6H_{14}O$	水果香	0.24	-	2.65
	8	(E)-2-己烯醇	928-95-0	$C_6H_{12}O$	核桃味	0.54	-	-
	9	2-乙基己醇	104-76-7	$C_8H_{18}O$	玫瑰香、花香	0.31	-	0.31
	10	1-辛烯-3-醇	3391-86-4	$C_8H_{16}O$	梔子香、木香	2.22	2.21	0.74
	11	2-壬基醇	628-99-9	$C_9H_{20}O$	苹果香	0.11	-	0.12
	12	辛醇	111-87-5	$C_8H_{18}O$	果实香气	0.24	-	0.25
	13	1,2-丁二醇	513-85-9	$C_4H_{10}O_2$	糖蜜香	0.14	0.15	-
	14	糠醇	98-00-0	$C_5H_6O_2$	果香、橙香	0.45	0.84	-
	15	十一醇	112-42-5	$C_{11}H_{24}O$	玫瑰花香及柑橘、凤梨果香	0.37	-	1.21
物质种类小计					13	7	10	
相对含量小计					61.13	68.48	77.36	

表 4(续)

分类	编号	中文名	CAS 号	分子式	气味特征 ^[21-30]	相对含量/%		
						S ₁	S ₂	S ₃
酮 类 化 合 物	1	2-丁酮	78-93-3	C ₄ H ₈ O	果香	1.21	1.62	-
	2	2-戊酮	107-87-9	C ₅ H ₁₀ O	樟脑香	0.25	-	1.53
	3	2,3-丁二酮	431-03-8	C ₄ H ₆ O ₂	奶油味	-	0.45	0.54
	4	2-庚酮	110-43-0	C ₇ H ₁₄ O	茶香	0.31	-	2.36
	5	1-辛烯-3-酮	4312-99-6	C ₈ H ₁₄ O	清香味	0.52	0.25	-
	6	甲基壬基甲酮	112-12-9	C ₁₁ H ₂₂ O	桃花香、桂花香	0.12	-	-
物质种类小计						5	3	3
相对含量小计						2.41	2.32	4.43
酯 类 化 合 物	1	甲酸乙酯	109-94-4	C ₃ H ₆ O ₂		2.31	-	3.12
	2	乙酸乙酯	141-78-6	C ₄ H ₈ O ₂	菠萝香味	-	1.21	0.11
	3	丙酸乙酯	105-37-3	C ₅ H ₁₀ O ₂	水果味	1.25	-	-
	4	异丁酸乙酯	97-62-1	C ₆ H ₁₂ O ₂	甜味、橡胶味	1.32	3.12	-
	5	乙酸丙酯	109-60-4	C ₅ H ₁₀ O ₂	薄荷香、木香	5.45	-	1.22
	6	乙酸异丁酯	110-19-0	C ₆ H ₁₂ O ₂	柑橘香	2.45	1.08	-
	7	丁酸乙酯	105-54-4	C ₆ H ₁₂ O ₂	水果香味	-	3.14	0.11
	8	乙酸丁酯	123-86-4	C ₆ H ₁₂ O ₂	草莓味、咖啡香	3.12	-	1.32
	9	乙酸戊酯	628-63-7	C ₇ H ₁₄ O ₂	油脂味、茴香味	0.21	-	-
	10	己酸甲酯	106-70-7	C ₇ H ₁₄ O ₂	木香、青草香	0.27	2.16	-
	11	乙酸己酯	142-92-7	C ₈ H ₁₆ O ₂	薰衣草香	-	0.65	1.21
	12	乳酸乙酯	97-64-3	C ₅ H ₁₀ O ₃	柑橘香、柠檬香	0.45	-	0.11
	13	丁酸己酯	2639-63-6	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	水果甜香、酯香	0.74	0.47	-
	14	辛酸乙酯	106-32-1	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	花香、木香	0.34	-	-
	15	己酸异戊酯	2198-61-0	C ₁₁ H ₂₂ O ₂	果香、花香、青苦香	1.11	3.31	0.12
	16	己酸己酯	6378-65-0	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	咖啡香、果香	2.14	-	0.31
	17	葵酸乙酯	110-38-3	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	草莓味、咖啡香	1.56	1.21	-
	18	丁二酸二乙酯	123-25-1	C ₈ H ₁₄ O ₄	杏花香、青草香	-	1.65	-
	19	水杨酸甲酯	119-36-8	C ₈ H ₈ O ₃	青草味、甜香味、谷香味	1.44	-	0.36
	20	辛酸己酯	1117-55-1	C ₈ H ₁₅ O ₂	水果香味	2.55	-	0.21
物质种类小计						16	10	11
相对含量小计						26.71	18.00	8.20
酸 类 化 合 物	1	醋酸	64-19-7	C ₂ H ₄ O ₂	哈喇味	0.11	-	2.31
	2	异丁酸	79-31-2	C ₄ H ₈ O ₂		-	0.32	0.11
	3	丁酸	107-92-6	C ₄ H ₈ O ₂	汗味	0.21	-	-
	4	异戊酸	503-74-2	C ₅ H ₁₀ O ₂	酸味、哈喇味	0.41	2.15	0.25
	5	2-甲基丁酸	116-53-0	C ₅ H ₁₀ O ₂	汗味	0.32	-	-
	6	正戊酸	109-52-4	C ₅ H ₁₀ O ₂	汗味	-	0.21	0.17
	7	己酸	142-62-1	C ₆ H ₁₂ O ₂		0.41	-	2.41
	8	异庚酸	628-46-6	C ₇ H ₁₄ O ₂		2.58	0.31	-
	9	辛酸	124-07-2	C ₈ H ₁₆ O ₂		0.31	-	0.11
	10	壬酸	112-05-0	C ₉ H ₁₈ O ₂		-	1.45	-
物质种类小计						7	6	6
相对含量小计						4.35	4.44	5.36
其 他 类	1	香兰素	121-33-5	C ₈ H ₈ O ₃		0.11	0.15	0.14
	2	2,3-二氢呋喃	1191-99-7	C ₄ H ₆ O		0.05	-	0.25
	3	2-乙基呋喃	3208-16-0	C ₆ H ₈ O		1.31	0.13	-
	4	2-正戊基呋喃	3777-69-3	C ₉ H ₁₄ O		0.25	-	0.19
物质种类小计						4	2	3
相对含量小计						1.72	0.28	0.58

注: -表示未检出。

2.4 不同酒的香气成分主成分分析

2.4.1 主成分分析结果

将表 4 数据标准化,以 3 个不同品种酒的风味物质种类相对含量矩阵为指标,采用 SPSS 19.0 软件进行主成分分析。选取特征值>1 的成分为主成分,其主成分的特征值及方差贡献率、特征向量分别见表 5、表 6。由表 5 可知,前 3 个主成分的方差累计贡献率达到 98.36%,故提取因素可以综合反映 3 种不同酿造酒香气总体特征。因此,选择前 3 个主成分进行下一步分析。

由表 5、表 6 可知,第 1 主成分(PC₁)的方差贡献率为 55.65%,主要综合了醇类与酮类这两种香气成分的信息,且均与 PC₁ 呈正相关;第 2 主成分(PC₂)的方差贡献率为 24.56%,主要反映了醇类与其他类的变异信息,且 PC₂ 与醇类呈正相关,与其他类呈负相关;第 3 主成分(PC₃)的方差贡献率为 18.15%,主要反映了酯类与酮类的变异信息,且均与 PC₃ 呈正相关。因此,醇类、酮类和酯类是不同酿造酒香气差异变化的主要影响因素。

表 5 提取 3 个主成分的特征值及方差贡献率

Table 5 Extract the eigenvalues and variance contribution rates of the 3 principal components

主成分	特征值	贡献率/%	累计贡献率/%
PC ₁	5.31	55.65	55.65
PC ₂	2.25	24.56	80.21
PC ₃	1.36	18.15	98.36

表 6 主成分的特征向量与载荷矩阵

Table 6 Eigenvector and load matrix of principal components

名称	PC ₁		PC ₂		PC ₃	
	特征向量	载荷	特征向量	载荷	特征向量	载荷
醇类(X ₁)	0.756	0.851	0.654	0.784	0.547	0.768
酮类(X ₂)	0.564	0.745	0.256	0.451	0.553	0.678
酯类(X ₃)	0.312	0.565	0.356	0.578	0.725	0.874
酸类(X ₄)	0.251	0.487	0.184	0.354	0.312	0.465
其他类(X ₅)	-0.318	-4.560	-0.384	-0.574	-0.168	-0.289

2.4.2 不同配方酿造酒主成分分析和综合评价

为了更加直观的鉴定 3 种配方酒香气成分的品质,建立其风味品质的评价模型。由表 6 可得出 3 种配方酒香气成分的线性关系,其中 X₁~X₅ 是不同风味物质相对含量标准化后值, Y₁~Y₃ 表示 3 个主成分得分如公式(1)~(3)。

$$Y_1=0.756X_1+0.564X_2+0.312X_3+0.251X_4-0.318X_5 \quad (1)$$

$$Y_2=0.654X_1+0.256X_2+0.356X_3+0.184X_4-0.384X_5 \quad (2)$$

$$Y_3=0.547X_1+0.553X_2+0.725X_3+0.312X_4-0.168X_5 \quad (3)$$

以 3 个主成分对应的方差贡献率为权重,将 3 种配方酿造酒主成分得分和相应的权重进行线性求和,计算 3 种配方酿造酒香气品质评价得分。Y_{综合得分}=0.5565Y₁+0.2456Y₂+0.1815Y₃,得到风味成分综合得分及排序见表 7。由表 7 可知,3 种配方酿造酒中以 S₁ 样品的综合得分最高。

表 7 不同配方酒香气成分品质预测评价结果

Table 7 Results of aroma component quality prediction and evaluation for different wine formulations

3 种酿造酒	PC ₁	PC ₂	PC ₃	综合得分	排名
S ₁	0.567	0.421	0.451	0.501	1
S ₂	0.245	0.354	0.314	0.280	3
S ₃	0.457	0.124	0.445	0.366	2

3 结论

该研究制备了刺梨米酒,以其感官评分为评价指标,在其单因素试验基础上通过正交试验对刺梨米酒的发酵工艺进行优化。结果表明,刺梨米酒的最优酿造工艺条件参数为刺梨添加量为 20%,发酵时间为 12 d,发酵温度为 28℃,酵母接种量为 0.4%,在最优条件下酿制的刺梨米酒感官评分为 96.8 分,酒精度为 15.8%vol。并采用 HS-SPME-GC-MS 对成品刺梨米酒进行风味物质分析。共检出刺梨米酒中挥发性风味物质 45 种,醇类(13 种)、酮类(5 种)、酯类(16 种)、酸类(7 种)、其他类(4 种)分别占总挥发性成分的 61.13%、2.41%、26.71%、4.35%、1.72%。此研究为刺梨米酒发展提供了一定参考,有利于推动其产业化。

参考文献

- 刘英泉,袁小红.刺梨果渣中蔷薇酸的提取工艺研究[J].湖北农业科学,2021,60(5):103-107,112.
LIU YX, YUAN XH. Study on extraction technology of rosmarinic acid from fructus *Roxanthoides* [J]. Hubei Agric Sci, 2021, 60(5): 103-107, 112.
- 刘易伟,陈萍,卿云光,等.不同贮藏温度对刺梨原汁中总黄酮含量的影响[J].食品安全导刊,2023,(3):98-100.
LIU YW, CHEN P, QING YG, et al. Effects of different storage temperatures on the content of total flavonoids in raw juice of *Roxanthia Roxanthi* [J]. China Food Saf Magaz, 2023, (3): 98-100.
- 王园,岑顺友,龚孟,等.超高压处理对刺梨鲜果贮藏期品质的影响[J].食品工业,2023,44(10):90-94.
WANG Y, CEN SY, GONG M, et al. Effects of ultra-high pressure treatment on the quality of Prickly pear during storage [J]. Food Ind, 2023, 44(10): 90-94.
- 袁爽,姚艳,石慧,等.正交试验优化半仿生提取刺梨果渣中黄酮的研究[J].山东化工,2023,52(2):35-38.
YUAN S, YAO Y, SHI H, et al. Optimization of semi-bionic extraction of flavonoids from roxburgh pear residue by orthogonal experiment [J]. Shandong Chem Ind, 2023, 52(2): 35-38.
- YU HD, HUAN K, YONG HL, et al. Analysis of volatile components in *Rosa roxburghii* Tratt. and *Rosa sterilis* using headspace-solid-phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry [J]. Molecules, 2022, 12(13): 1678-1688.
- XING L, YI HL, XIAO YH, et al. Antibacterial and antioxidant activities of a novel biosynthesized selenium nanoparticles using *Rosa roxburghii* extract and chitosan: Preparation, characterization, properties, and mechanisms [J]. Nutrients, 2023, 11(8): 1678-1687.
- 范芳玉,杨璇,刘宇,等.刺梨果渣天然防腐剂的制备及其在红酸汤中的应用[J].食品安全质量检测学报,2022,13(22):7399-7406.
FAN FY, YANG X, LIU Y, et al. Preparation of natural preservative from *Roxburgh* pear residue and its application in red acid soup [J]. J Food Saf Qual, 2022, 13(22): 7399-7406.

- [8] 廖婷, 吴晓娟, 杨小静, 等. 发酵型桂花米酒酿制工艺的研究[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(11): 106–110.
LIAO T, WU XJ, YANG XJ, *et al.* Research on brewing technology of fermented osmantherefore rice wine [J]. Food Res Dev, 2019, 40(11): 106–110.
- [9] TASDEX W, YASWQ FV E, RBGFDED W, *et al.* Flavonoids extract from *Rosa roxburghii* fruit ameliorates carrageenan-induced thrombosis in mice [J]. J Fun Foods, 2022, 12(15): 2785–2796.
- [10] 彭欢, 黄子健, 吴涛, 等. 刺梨自然发酵制酒过程中化学成分、抗氧化活性及优势菌的变化[J]. 现代食品科技, 2023, 39(2): 205–213.
PENG H, HUANG ZJ, WU T, *et al.* Changes of chemical composition, antioxidant activity and dominant bacteria in natural fermentation of *Roxburghii* pear [J]. Mod Food Sci Technol, 2023, 39(2): 205–213.
- [11] 于华, 刘波, 陈珍艳, 等. 猕猴桃米酒酿造工艺优化[J]. 中国酿造, 2022, 41(2): 210–215.
YU H, LIU B, CHEN ZY, *et al.* Optimization of kiwi rice wine brewing process [J]. China Brew, 2022, 41(2): 210–215.
- [12] 黄和升, 王海平, 陶书中, 等. 金蝉花米酒发酵工艺优化[J]. 中国酿造, 2021, 40(12): 217–220.
HUANG HS, WANG HP, TAO SZ, *et al.* Optimization of fermentation process of cicada flower rice wine [J]. China Brew, 2021, 40(12): 217–220.
- [13] GAO H, YANG F, ZHU BQ, *et al.* Optimization of HS-SPME-GC-MS for the determination of volatile flavor compounds in Ningxiang pork [J]. Foods, 2023, 10(5): 278–286.
- [14] CHEN Y, LI PT, LIAO LY, *et al.* Characteristic fingerprints and volatile flavor compound variations in Liuyang Douchi during fermentation via HS-GC-IMS and HS-SPME-GC-MS [J]. Food Chem, 2022, 11(12): 2784–2792.
- [15] NOOT NVD, IJSPEERT AJ, RONSSE R, *et al.* HS-SPME-GC-MS combined with metabolomic approach to discriminate volatile compounds of Brazilian coffee from different geographic origins [J]. Food Bios, 2023, 12(11): 2245–2253.
- [16] 林灵, 王瑜, 杨娟, 等. 金刺梨发酵前后风味物质变化研究[J]. 中国酿造, 2020, 39(6): 155–161.
LIN L, WANG Y, YANG J, *et al.* Study on the change of flavor substances of golden prickly pear before and after fermentation [J]. China Brew, 2020, 39(6): 155–161.
- [17] 陈思奇, 彭邦远, 丁筑红, 等. 不同贮藏温度下刺梨汁挥发性风味物质的变化特征[J]. 食品科技, 2019, 44(4): 36–44.
CHEN SQ, PENG BY, DING ZH, *et al.* Changes of volatile flavor compounds in *Roxanthia roxanthi* juice at different storage temperatures [J]. Food Sci Technol, 2019, 44(4): 36–44.
- [18] 张丹, 韦广鑫, 王文, 等. 安顺普定刺梨与无籽刺梨营养成分及香气物质比较研究[J]. 食品工业科技, 2016, 37(12): 149–154, 177.
ZHANG D, WEI GX, WANG W, *et al.* Comparative study on nutritional components and aroma substances of Anshun puding prickly pear and seedless prickly pear [J]. Sci Technol Food Ind, 2016, 37(12): 149–154, 177.
- [19] WAWFSS Q, YASXQGD T, RQASEWC T, *et al.* Study on the correlation between the dominant microflora and the main flavor substances in the fermentation process of cigar tobacco leaves [J]. Food Res Int, 2022, 11(13): 2781–2792.
- [20] 李志. 正交试验法优化刺梨黄酮提取工艺研究[J]. 云南师范大学学报(自然科学版), 2018, 38(6): 40–45.
LI Z. Optimization of flavonoid extraction technology of prickly pear by orthogonal experiment [J]. J Yunnan Norm Univ (Nat Sci Ed), 2018, 38(6): 40–45.
- [21] 王倩, 康钰溥, 杨利博, 等. 射干总黄酮提取工艺优化及其抗氧化活性研究[J]. 河北农业科学, 2022, 26(5): 102–108.
WANG Q, KANG YP, YANG LB, *et al.* Optimization of extraction process and antioxidant activity of total flavonoids from Shegan [J]. J Hebei Agric Sci, 2022, 26(5): 102–108.
- [22] YASWEX T, QGDRED T, TQASWED Y, *et al.* The bacterial succession and its role in flavor compounds formation during the fermentation of cigar tobacco leaves [J]. Bioresour Bioprocess, 2023, 11(9): 894–906.
- [23] 于华, 王艺, 刘济玮, 等. 百香果酸奶酒酿造工艺优化及风味分析[J]. 食品与发酵科技, 2023, 59(3): 52–59.
YU H, WANG Y, LIU JW, *et al.* Optimization of brewing process and flavor analysis of passion fruit sour milk wine [J]. Food Ferment Technol, 2023, 59(3): 52–59.
- [24] YASEWQX R, WADXSGRD R, SQATFDES Y, *et al.* Changes in physicochemical properties, moisture distribution and volatile flavor compounds of yellow catfish: The roles of dominant spoilage bacteria [J]. Aquacult Rep, 2023, 11(10): 1686–1696.
- [25] 冯浩森, 李湘鑫, 冯爱军, 等. 酸笋微生物与风味形成研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2023, 14(22): 91–99.
FENG HS, LI XL, FENG AJ, *et al.* Research progress of microorganism and flavor formation of sour bamboo shoots [J]. J Food Saf Qual, 2023, 14(22): 91–99.
- [26] 李良, 李俊薇, 李斯琳, 等. 基于全二维气相色谱-飞行时间质谱分析技术分析南北派大清香白酒挥发性风味物质差异[J]. 酿酒, 2023, 50(6): 45–49.
LI L, LI JW, LI SL, *et al.* Analysis on the difference of volatile flavor substances in nanbei baida fragrant liquor based on two-dimensional gas chromatography-time-of-flight mass spectrometry [J]. Liquor Making, 2023, 50(6): 45–49.
- [27] 刘迎涛, 余玲, 廖柯, 等. 曲霉豆豉和毛霉豆豉理化指标和风味物质差异分析[J]. 中国调味品, 2023, 48(11): 164–170.
LIU YT, YU L, LIAO K, *et al.* Analysis on the difference of physicochemical indexes and flavor substances between *Aspergillus* tempeh and *Mucor* tempeh [J]. Chin Cond, 2023, 48(11): 164–170.
- [28] 黄崇棧, 尹雪莲, 陆婷婷, 等. 即食贻贝加工过程中风味活性物质的分析[J]. 中国食品学报, 2023, 23(10): 294–304.
HUANG CL, YIN XL, LU TT, *et al.* Analysis of flavor active substances in ready-to-eat mussels during processing [J]. J Chin Inst Food Sci Technol, 2023, 23(10): 294–304.
- [29] WEI G, CHITRAKAR B, REGENSTEIN JM, *et al.* Microbiology, flavor formation, and bioactivity of fermented soybean curd (furu): A review [J]. Food Res Int, 2023, 163: 112183.
- [30] 蔡玥, 杨潇然, 杜玫, 等. 盐水浓度对甜竹笋发酵过程挥发性风味物质的影响[J]. 食品科技, 2020, 45(12): 59–66.
CAI Y, YANG XR, DU M, *et al.* Effect of brine concentration on volatile flavor compounds of sweet bamboo shoots during fermentation [J]. Food Sci Technol, 2019, 45(12): 59–66.

(责任编辑: 韩晓红 张晓寒)

作者简介



黄娟, 硕士, 讲师, 主要研究方向为食品科学应用及功能食品研发。
E-mail: juanhappyday@163.com

贡湘磊, 硕士, 讲师, 主要研究方向为食品科学应用及功能食品研发。
E-mail: xinlu0202@126.com