

过滤方式对桑葚酒品质的影响

李睿祎¹, 常馨佳¹, 梁艳英^{1,3}, 杨继红^{1,2,3*}

(1.西北农林科技大学 葡萄酒学院, 陕西 杨凌 712100; 2.新疆农业大学 食品科学与药学学院, 新疆 乌鲁木齐 830052;
3.陕西省葡萄与葡萄酒工程技术研究中心, 陕西 杨凌 712100)

摘要: 该研究以桑葚果酒为实验对象, 以透光率、酚类物质含量、蛋白质含量、颜色及香气化合物成分为综合评价指标, 采用纸板过滤、纸板粗滤-膜精滤复合过滤及纸板粗滤-离心精滤复合过滤三种不同类型的过滤方式对桑葚果酒进行处理, 通过单因素试验对桑葚果酒品质进行分析。结果表明, 不同过滤处理后酒样的基础理化指标间无显著性差异 ($P>0.05$); 总酚、总花色苷、单宁和蛋白质含量显著降低 ($P<0.05$), 色差差异显著 ($P<0.05$); 与原酒相比, 不同过滤处理后酒样的香气物质含量显著降低 ($P<0.05$), 纸板粗滤-膜精滤复合过滤和纸板粗滤-离心精滤处理后香气成分含量分别降低27.02%和11.06%, 主成分分析 (PCA) 结果表明, 纸板粗滤-离心精滤处理得分较高, 在提高酒样澄清度和胶体稳定性的同时对香气影响更小。因此, 1.5~3.0 μm 纸板粗滤加5 $^{\circ}\text{C}$, 7 000 r, 40 min离心精滤为桑葚酒的最佳过滤方式。

关键词: 桑葚酒; 纸板过滤; 膜过滤; 离心过滤; 香气分析

中图分类号: TS261.4

文章编号: 0254-5071 (2024) 02-0160-07

doi:10.11882/j.issn.0254-5071.2024.02.024

引文格式: 李睿祎, 常馨佳, 梁艳英, 等. 过滤方式对桑葚酒品质的影响[J]. 中国酿造, 2024, 43 (2): 160-166.

Effect of filtration methods on the quality of mulberry wine

LI Ruiyi¹, CHANG Xinjia¹, LIANG Yanying^{1,3}, YANG Jihong^{1,2,3*}

(1.College of Enology, Northwest A&F University, Yangling 712100, China; 2.College of Food Science and Pharmacy, Xinjiang Agricultural University, Urumqi 830052, China; 3.Shaanxi Grape and Wine Engineering Research Center, Yangling 712100, China)

Abstract: Using mulberry wine as experimental object, and using light transmittance, phenolic substance content, color and aroma compound composition as the comprehensive evaluation index, the mulberry wine was treated by three different filtration methods: cardboard filtration, cardboard filtration with membrane fine filtration, and cardboard filtration with centrifugal fine filtration, and the quality of mulberry wine was analyzed by single factor tests. The results showed that there was no significant difference between the basic physicochemical indexes of wine samples after different filtration treatments ($P>0.05$), the contents of total phenols, total anthocyanins, tannins and protein were significantly reduced ($P<0.05$). There was no significant difference between color difference. Compared with raw wine, the aroma components contents of wine samples after different filtration treatment were significantly reduced ($P<0.05$), and the aroma components contents of wine after cardboard with membrane fine filtration and cardboard with centrifugal fine filtration reduced 27.02% and 11.06%, respectively. Principle component analysis (PCA) results showed that, the score of the wine with cardboard centrifugal filtration was higher, which could improve the clarity of the sample and the stability of the colloid, while having less effect on the aroma. Therefore, 1.5-3.0 μm cardboard filtration with 5 $^{\circ}\text{C}$, 7 000 r, 40 min centrifugal fine filtration was the optimal filtration method to improve the quality of mulberry wine.

Key words: mulberry wine; cardboard filtration; membrane filtration; centrifugal filtration; aroma analysis

桑葚 (*Fructus mori*) 是一种传统的食用水果, 富含多种营养, 包括丰富的碳水化合物、矿物质、纤维、蛋白质、维生素和酚类活性物质^[1-2], 具有极高的营养价值。但桑葚结构脆弱, 储存稳定性低, 具有强烈的季节性特征; 通常被加工成果酒、果汁、果酱和果醋等^[3-4]。桑葚酒是以桑葚为原料, 经酵母酒精发酵酿制成的一种果酒, 其富含的花青素、类黄酮及白藜芦醇等生物活性物质, 具有促进血液循环、抗氧化等多种保健功能, 深受消费者喜爱^[5]。桑葚原酒中残留的酒石酸盐晶体和大分子胶体物质 (如蛋白质和酚类物质等),

会在储存阶段絮凝使酒体出现浑浊^[6-7], 影响其外观和口感。果酒常用的澄清方式有自然澄清、化学澄清和机械澄清^[8]。自然澄清耗时长, 澄清效果差; 化学澄清引入的蛋白类澄清剂可能会导致有些消费者过敏^[9]; 机械澄清操作简单, 效果相对也较好。常见的机械澄清分为离心和过滤两种, 其中硅藻土过滤、纸板过滤和膜过滤是目前酿酒企业常用的过滤方法^[10]; 而离心结合了沉淀和过滤的优点, 作为一个连续的过程, 产生了更少的固体残留物且不需要过滤介质, 可以减少环境问题^[11], 受到部分酒企的欢迎。

收稿日期: 2023-06-25

收稿日期: 2023-10-21

基金项目: 陕西省大学生创新创业训练计划项目 (S202210712702); 陕西省重点研发计划项目 (2024NC-YBXM-163)

作者简介: 李睿祎 (2001-), 女, 本科生, 研究方向为葡萄与葡萄酒工程。

*通讯作者: 杨继红 (1975-), 女, 副教授, 博士, 研究方向为葡萄与葡萄酒工程。

过滤能够除去酒中的颗粒物质,提升酒的澄清度和微生物稳定性,同时也会降低酒中酚类物质、多糖和蛋白质等物质的含量^[12-13],改变酒的颜色强度和香气成分复杂性,影响酒的品质^[14]。尽管过滤是果酒生产中重要一环,但目前关于桑葚酒过滤的研究多集中于蛋清、果胶酶、皂土、交联聚乙烯吡咯烷酮(polyvinylpyrrolidone, PVPP)、壳聚糖、明胶等不同类型澄清剂对桑葚酒品质的影响^[8-15],关于过滤方式的研究文献报道较少。

本研究以四川“云桑”桑葚为试验原料,将酒精发酵后的原酒低温自然澄清,采用纸板过滤、纸板粗滤-膜精滤复合过滤及纸板粗滤-离心精滤复合过滤三种不同类型的过滤方式进行处理,并对桑葚原酒及不同过滤处理后的基础理化指标、特征指标及挥发性香气化合物进行比较分析,以期优化桑葚果酒过滤工艺提供理论依据和数据支撑。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

原料选用四川德昌“云桑”桑葚,原料还原糖含量148.4 g/L(以葡萄糖计),总酸含量4.56 g/L(以酒石酸计),pH为4.53,果梗、枝叶等杂质含量0.82 g/100 g,出汁率69.14%。

氢氧化钠、浓盐酸、浓硫酸、碳酸钠、亚硫酸氢钠、氯化钠、葡萄糖、无水乙醇、磷酸(均为分析纯):广东光华科技股份有限公司;福林-酚试剂:厦门海标科技有限公司;4-甲基-2-戊醇(色谱纯):上海阿拉丁试剂有限公司;牛血清蛋白、考马斯亮蓝:北京索莱宝科技有限公司。

1.2 仪器与设备

WBG-1板框式纸板过滤机:西安永兴食品药化机械有限公司;BG-100型单板式膜过滤器:绍兴市卫星医疗设备制造有限公司;HC-3016R离心机:浙江中佳科技有限公司;1.5~3.0 μm纸板:沈阳市长城过滤纸板有限公司;0.45 μm混合纤维膜:上海市新亚净化器件厂;7890B气相色谱-7000D质谱联用仪、Cary 60 UV-vis紫外可见分光光度计:美国安捷伦公司;W100红酒颜色分析仪:中国海能仪器股份有限公司;PHS-3 pH计:上海精密科学仪器有限公司。

1.3 方法

1.3.1 桑葚酒酿造工艺流程及操作要点

桑葚采摘→冷冻处理→解冻→除梗破碎→糖度调节→pH调节→添加酵母→酒精发酵→终止发酵→澄清倒罐→桑葚酒

原料预处理:采摘后鲜果在-30℃条件下速冻装袋,冷藏条件下进行运输。

成分调整:加入热糖水进行解冻,并调节含糖量达到目标酒精度12%vol~13%vol;为防止微生物污染,采用酒石酸调节桑葚汁pH为3.54~3.62。

酵母及辅料添加:使用法国LAFFORT公司F33酵母,添加量20 g/100 L;酵母营养剂使用法国LAFFORT公司复配发酵营养物(主要成分为硫酸铵),与水按照1:10(g:mL)比

例混合后添加。

酒精发酵:发酵过程中控制发酵罐温度在16~20℃;一日一次进行开放式打循环,每日监测发酵酒的温度及比重,及时调整加入辅料的含量。发酵结束后添加60 mg/L SO₂终止发酵,比重低于0.995发酵结束。

澄清倒罐:发酵终止后的桑葚酒转移到储存罐中自然澄清,自然澄清3 d后,取上清液转移到新的储酒罐,弃去底部的酒渣。

储存:将倒罐后的桑葚酒取样,放置在4℃冷库中待用。

1.3.2 样品处理

将桑葚果酒随机分成四组,采用不同过滤处理后取样,并在4℃冷库中密封储存备用,不同组别的酒样处理方式及简称见表1。纸板过滤和膜过滤条件根据说明书进行处理;离心过滤条件根据GHOSH P等^[16-17]的方法,确定离心温度为5℃,转速为7 000 r/min,时间设置为40 min。

表1 不同处理方式的酒样及简称

Table 1 Wine samples and abbreviations for different treatments

酒样简称代码	指代酒样
CK	4℃冷库自然澄清的原酒
ZB	1.5~3.0 μm纸板过滤后的酒样
ZB+M	1.5~3.0 μm纸板过滤加0.45 μm膜过滤后的酒样
ZB+L	1.5~3.0 μm纸板过滤加5℃、7 000 r/min、40 min离心过滤后的酒样

1.3.3 分析检测

(1) 基础理化指标

酒精度、还原糖、总酸(以酒石酸计)等基础理化指标参照GB/T 15038—2006《葡萄酒和果酒通用分析方法》测定。

(2) 颜色指标

颜色指标用国际发光照明委员会(Commission Internationale de L'Eclairage, CIE)中的L*、a*、b*颜色参数表示,使用海能W100红酒颜色分析仪测定,并计算色差ΔE。

$$\Delta E = \sqrt{(L^* - L_0)^2 + (a^* - a_0)^2 + (b^* - b_0)^2}$$

(3) 总花色苷的测定

总花色苷(以二甲花翠素-3-葡萄糖苷计)采用pH示差法测定^[18]。

(4) 总酚的测定

总酚含量(以没食子酸计)用福林-肖卡法测定^[18],以蒸馏水作空白对照,以吸光度值(y)为纵坐标,以没食子酸质量浓度(x)为横坐标绘制没食子酸标准曲线,标准曲线回归方程为 $y=0.001x+0.0163$,相关系数 $R^2=0.9948$ 。通过标准曲线回归方程计算总酚含量。

(5) 单宁的测定

单宁含量参考FIGUEIREDO-GONZALEZ M等^[19]的方法测定,稍有修改。取10 mL离心管,加入40 μL酒样,加蒸馏

水稀释50倍,再加入0.5 mL蒸馏水,3 mL浓盐酸,锡箔纸包严避光,沸水浴30 min后迅速冷却,加入1 mL无水乙醇,用10 mm比色皿,在波长550 nm下测定吸光度值 A_1 ;另一组采用相同处理方法,常温放置30 min,用10 mm比色皿,在波长550 nm下测定吸光度值 A_2 。单宁含量计算公式如下:

$$\text{单宁} = (A_1 - A_2) \times 19.33 \text{ g/L}$$

(6)透光率测定方法

参考张宁波等^[20]的方法测定,稍有修改。取100 mL葡萄原酒,静置过滤后将过滤的酒业注入1 cm比色皿中,于波长680 nm条件下测定吸光度值,以透光率T%表示。

(7)蛋白质含量测定方法

蛋白质含量用考马斯亮蓝法G-250测定,以蒸馏水作为空白对照,牛血清蛋白质量浓度(x)为横坐标,吸光度值(y)为纵坐标绘制标准曲线。0~1 000 $\mu\text{g/mL}$ 标准曲线回归方程为 $y=0.000\ 7x+0.792\ 3$,相关系数 $R^2=0.999\ 9$ 。由标准曲线回归方程计算蛋白质含量。

1.3.4 香气成分测定方法

根据WANG X C等^[21]的方法,采用顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用(head space solid phase micro-extraction/gas chromatography mass spectrometry, HS-SPME/GC-MS)分析挥发物。

前处理条件:将1 g氯化钠、5 mL葡萄酒样品、10 μL 4-甲基-2-戊醇内标依次加入20 mL的顶空瓶中,旋上瓶盖,置于样品盘上。样品瓶放置在振荡器中,转速400 r/min,40 $^{\circ}\text{C}$ 保温5 min,40 $^{\circ}\text{C}$ 萃取30 min,进样口240 $^{\circ}\text{C}$ 解吸10 min。

GC-MS条件:载气为高纯度氦气(He),流速为1 mL/min。进样温度为250 $^{\circ}\text{C}$,持续25 min。升温程序为50 $^{\circ}\text{C}$ 保持1 min,然后以3 $^{\circ}\text{C/min}$ 的速度升温到220 $^{\circ}\text{C}$ 。质谱界面温度为280 $^{\circ}\text{C}$,离子源温度为230 $^{\circ}\text{C}$,电子能量为70 eV,质谱扫描范围为29~350 amu。

定性定量分析:采用安捷伦Masshunter定性和定量软件,通过香气标准品的保留时间、美国国家标准技术研究所(national institute of standards and technology, NIST)14谱库物质检索与手动检索矫正相结合对峰进行定性,通过内标法进行定量。

1.3.5 数据处理

使用Microsoft Office Excel 2016进行基本数据处理,使用SPSS 26.0分析软件进行显著性差异检验(显著水平 $\alpha=0.05$)。使用Origin 2022作图,挥发性香气成分采用主成分分析法(principal component analysis, PCA)进行分析。每个处理测定3个重复。

2 结果与分析

2.1 桑葚原酒的品质分析

桑葚原酒颜色呈紫红色,外观澄清,无明显悬浮物;果香、花香浓郁,酒香协调、纯正。桑葚原酒中总酸含量为5.16 g/L,还原糖含量为2.05 g/L,低于4 g/L,符合干型酒要求,

酒精度为11.5%vol。桑葚原酒中总酚含量为(2 091.06 $\pm$ 29.41) mg/L,单宁含量为(1 470.00 $\pm$ 98.99) mg/L,总花色苷含量为(414.29 $\pm$ 4.32) mg/L,这些生物活性物质具有抗氧化性,对健康有积极作用。

2.2 过滤方式对桑葚酒基础理化指标的影响

不同过滤方式对桑葚酒基础理化指标的影响结果见表2。由表2可知,不同过滤处理后桑葚发酵酒的pH、还原糖和酒精度无显著性差异($P>0.05$),这与ROSARIA M等^[22]研究结果一致;纸板过滤后酒样的总酸含量显著降低($P<0.05$),这可能是由于纸板过滤产热,使酒样温度升高,酒石酸氢钾溶解度增加,导致总酸含量降低^[23]。

表2 过滤方式对桑葚酒中基础理化指标的影响
Table 2 Effect of filtration methods on basic physicochemical indexes of mulberry wine

酒样类别	pH	总酸/ ($\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	还原糖/ ($\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	酒精度/ %vol	透光率/ %
CK	3.98 $\pm$ 0.01a	5.16 $\pm$ 0.02a	2.05 $\pm$ 0.05a	11.50 $\pm$ 0.14a	32.04 $\pm$ 0.42c
ZB	3.98 $\pm$ 0.00a	4.88 $\pm$ 0.07b	2.00 $\pm$ 0.09a	11.40 $\pm$ 0.00a	44.12 $\pm$ 0.48b
ZB+M	3.97 $\pm$ 0.01a	4.81 $\pm$ 0.02b	2.10 $\pm$ 0.05a	11.40 $\pm$ 0.00a	45.94 $\pm$ 0.17a
ZB+L	3.97 $\pm$ 0.01a	4.82 $\pm$ 0.02b	1.98 $\pm$ 0.03a	11.50 $\pm$ 0.00a	45.55 $\pm$ 0.38a

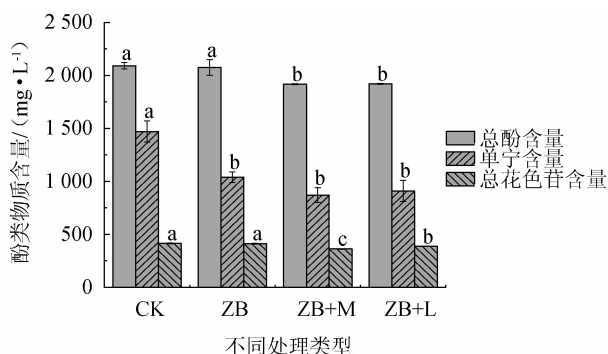
注:同列不同小写字母表示显著性差异($P<0.05$)。下同。

与原酒相比,纸板过滤后酒样的透光率显著提升37.69%,结果表明,过滤能够改善果酒的外观品质;纸板粗滤-膜精滤复合过滤后酒样的透光率提升43.37%,纸板粗滤-离心精滤复合过滤后酒样的透光率提升42.16%,7 000 r/min离心过滤与0.45 μm 膜过滤对酒样澄清度的影响不显著($P>0.05$)。

2.3 过滤方式对桑葚酒酚类物质的影响

总酚可以综合反映桑葚酒的颜色和味感,不同过滤方式对桑葚酒中酚类物质含量的影响结果见图1。由图1可知,与原酒相比,纸板过滤后酒样的总酚含量降低0.81%,但未出现显著变化($P>0.05$),这可能与桑葚酒中酚类物质及其化合物的直径相关,酒中酚类物质直径在1 nm~1 μm ^[24],而试验采用的过滤纸板的直径为1.5~3.0 μm ,酒中大部分酚类物质被保留。桑葚酒再经膜或者离心精滤后,总酚含量分别降低了8.34%和8.16%;结果表明,0.45 μm 膜过滤和7 000 r/min离心过滤会显著降低桑葚酒中酚类物质含量($P<0.05$),减少了酒样褐变的可能性,但两种精滤方式间无显著差异($P>0.05$)。

单宁是形成葡萄酒收敛感的特征物质,单宁浓度的高低可能导致酒中收敛度的改变^[25]。与原酒相比,纸板过滤后酒样的单宁含量显著降低29.59%,纸板粗滤-膜精滤复合过滤后降低40.82%,纸板粗滤-离心精滤复合过滤后降低38.10%。尽管纸板的孔径更大(1.5~3.0 μm),但三种过滤处理后酒样的单宁含量无显著性差异($P>0.05$),这与ROSARIA M等^[22]研究结果相似。



组间不同小写字母表示差异性显著 ($P < 0.05$)。下同。

图1 过滤方式对桑葚酒中酚类物质含量影响

Fig. 1 Effect of filtration methods on phenolic content in mulberry wine

花色苷是桑葚酒中主要的呈色物质。纸板过滤后酒样的总花色苷含量降低0.36%，与原酒相比差异不显著 ($P > 0.05$)；纸板粗滤-膜精滤复合过滤后降低12.45%，纸板粗滤-离心精滤复合过滤后降低6.37%。其中纸板粗滤-膜精滤复合过滤对酒样总花色苷含量影响最大，这可能是膜柱上的极性基团对酒中花色苷的吸附造成的^[6]。

2.4 过滤方式对颜色的影响

颜色是影响果酒外观的重要指标，也是消费者直观感受的重要因素。总色差 ΔE 包含 L^* 、 a^* 和 b^* 3个分量的贡献，表征酒样间颜色总体差异程度，其值越大，差异越显著，一般来说，色差(ΔE) >3 就可从视觉上感知到酒样间的颜色差异， $\Delta E > 6$ 能带来强烈的颜色差异^[26-27]。不同过滤方式对桑葚酒颜色的影响结果见表3。

表3 过滤方式对桑葚酒颜色的影响

Table 3 Effect of filtration methods on the color of mulberry wine

酒样类型	L^* 值	a^* 值	b^* 值	ΔE
CK	30.52±0.14c	52.98±0.06c	29.16±0.17a	0.00±0.00c
ZB	34.57±0.15b	55.08±0.02b	28.73±0.03b	10.49±0.57b
ZB+M	34.82±0.05a	55.22±0.03a	28.48±0.04c	11.97±0.18a
ZB+L	34.67±0.12ab	55.20±0.04a	28.74±0.04b	11.14±0.58b

由表3可知，与原酒相比，经过不同过滤处理后桑葚酒的 L^* 值增大，酒体光泽感更好。 a^* 值均为正值，这表示桑葚酒整体偏向红色色调。此外，过滤后酒样的 a^* 值增大，这可能是过滤去除了部分杂质，使桑葚酒红色调更明显。 b^* 值有所下降，说明过滤处理后酒样黄色色调降低，酒样褐变有所改善，颜色更纯正。不同过滤处理后酒样间色差(ΔE)差异显著 ($P < 0.05$)，视觉上酒的外观品质得到提升。

2.5 过滤方式对蛋白质的影响

不稳定的蛋白质分子可以与其他物质络合形成大颗粒，在酒体中以胶体形式存在，在储存期间会造成酒液浑浊，影响酒体的稳定性^[6]，不同过滤处理对酒中蛋白质含量的影响结果见图2。

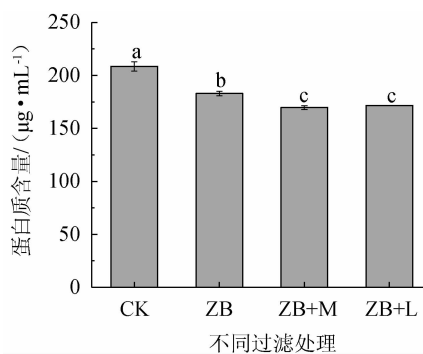


图2 过滤方式对桑葚酒蛋白质含量的影响

Fig. 2 Effect of filtration methods on protein content of mulberry wine

由图2可知，桑葚酒经纸板粗滤及膜或离心精滤后，蛋白质含量显著降低 ($P < 0.05$)，其中，经纸板粗滤后蛋白质含量下降12.28%，经纸板粗滤-膜精滤复合过滤后下降18.61%，经纸板粗滤-离心精滤复合过滤后下降17.73%。结果表明过滤处理能够有效降低桑葚酒中不稳定蛋白大分子的含量，防止储存过程中酒样出现浑浊，提升酒样的胶体稳定性，这与MA T Z等^[17]的研究结果一致。蛋白质类沉积物直径在10 μm 左右，是在微滤过程中形成滤饼、导致膜表面结垢的主要物质之一^[28]；纸板粗滤去除了大部分蛋白质复合物，再经膜或离心两种精滤处理时酒样间蛋白质含量有所下降但差异不显著 ($P > 0.05$)。

2.6 过滤方式对香气成分的影响

2.6.1 过滤方式对酒样香气成分含量的影响

对桑葚酒及不同过滤处理后的酒样中的香气成分进行测定，结果见表4。由表4可知，共检测出29种香气成分，其中酯类共14种，高级醇类共7种，脂肪酸类共4种，羰基化合物3种，烯类1种。原酒中检测到挥发性香气成分总质量浓度为(449.58±10.38) mg/L。

酯类化合物是果酒中主要的呈香物质，原酒含有的酯类化合物中乙酸乙酯、辛酸乙酯、琥珀酸乙酯、癸酸乙酯和己酸乙酯含量较高，其中乙酸乙酯具有新鲜水果香气，辛酸乙酯具有白兰地的香气，琥珀酸乙酯具有葡萄果香，癸酸乙酯具有愉快的水果味、脂肪味，己酸乙酯具有青苹果、花香和紫罗兰香气^[29]，说明桑葚酒中果香、花香浓郁。醇类化合物主要来源于酒精发酵，能表现出发酵酒的特征香气，原酒含有的3-甲基丁醇和苯乙醇是桑葚果实的主要香气成分，赋予桑葚酒果香和花香，在不同酵母发酵的桑葚酒中都存在^[30]，正丙醇具有浓郁甜的香气^[31]，2-甲基-1-丙醇具有强烈的酒精味^[32]，说明桑葚酒具有能够与其他果酒区分的特征果香。原酒含有的酸类化合物中乙酸含量最高，主要来源酵母发酵，使酒具有刺激性气味。原酒含有的其他类香气中，乙偶姻含量较高，该物质具有奶油香气。

不同过滤处理后，桑葚酒中的酯类化合物和醛类化合物的变化差异显著 ($P < 0.05$)，醇类化合物、酸类化合物和

其他类化合物的变化差异不显著($P>0.05$)。酯类化合物是桑葚酒中主要的香气化合物。与原酒相比,纸板过滤后酒样中酯类化合物含量降低9.81%,纸板粗滤-膜精滤复合过滤后降低28.23%,纸板粗滤-离心精滤复合过滤后降低5.96%,说明与离心过滤相比,膜过滤对酒样中酯类化合物含量影响更大,这可能是膜柱对挥发性化合物的吸附性造成的。

表4 过滤方式对桑葚酒中香气化合物含量的影响
Table 4 Effect of filtration methods on aroma compound contents of mulberry wine

化合物	香气化合物质量浓度/($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)			
	CK	ZB	ZB+M	ZB+L
酯类化合物				
乙酸乙酯	9 665.62±529.25a	8 963.12±238.42a	7 472.81±685.28b	9 315.54±316.9a
甲基丙烯酸乙酯	5.12±0.34a	4.90±0.05a	4.69±0.01a	4.83±0.38a
乙酸异丁酯	12.83±0.58a	11.13±0.13b	9.09±0.56c	11.60±0.19b
甲基丁酸乙酯	6.23±0.64a	5.27±0.39ab	4.46±0.27b	5.80±0.23a
己酸乙酯	306.27±19.14a	230.20±3.42b	123.24±12.98c	253.15±12.18b
辛酸甲酯	2.85±0.10a	2.16±0.01b	1.49±0.09c	2.34±0.08b
辛酸乙酯	867.70±40.74a	596.63±1.99b	355.77±43.59c	648.80±19.85b
己酸异戊酯	3.75±0.10a	3.21±0.07c	2.90±0.17b	3.40±0.05b
癸酸乙酯	333.25±32.39a	243.12±9.18b	51.16±19.20c	258.44±2.91b
琥珀酸乙酯	409.32±27.18b	466.57±14.43a	335.99±13.67c	444.16±8.54ab
水杨酸甲酯	4.26±0.04a	4.25±0.03a	3.75±0.02b	4.24±0.03a
乙酸苯乙酯	17.33±0.86a	17.31±0.57a	10.71±0.17b	17.05±0.51a
月桂酸乙酯	44.33±3.38a	27.49±1.02b	13.03±0.75c	24.52±1.65b
棕榈酸乙酯	70.04±17.38a	20.66±10.14b	43.02±6.6ab	54.87±6.05a
小计	11 748.92±671.43a	10 596.01±255.34a	8 432.11±783.35b	11 048.75±330.16a
醇类化合物				
正丙醇	56 984.6±580.27a	56 896.35±450.95a	55 026.03±760.33b	56 458.82±306.07ab
2-甲基-1-丙醇	44 267.02±2051a	46 596.62±851.35a	43 286.29±2167.11a	45 917.68±559.91a
3-甲基-1-丁醇	185 931.90±12 317.56a	194 651.64±6 161.23a	181 826.51±11 637.81a	198 163.04±3 516.63a
正辛醇	3.14±0.09b	4.61±0.68a	3.88±0.62ab	3.99±0.26ab
3-甲基基-1-丙醇	1 561.01±178.6a	1 778.22±340.46a	1 449.62±218.44a	1 446.60±10.84a
顺式香叶醇	4.99±0.98a	6.76±3.11a	5.32±1.52a	4.97±0.04a
苯乙醇	33 625.69±1 405.90ab	35 856.67±1 707.38a	30 294.72±3 108.3b	32 150.50±718.92ab
小计	322 378.34±12 202.90a	335 790.87±4 510.00a	311 892.37±17 894.14a	334 145.58±3 652.63a
酸类化合物				
乙酸	113 569.41±134 198.48a	73 822.96±85 855.54a	6 093.05±393.51a	148 642.10±5 160.33a
辛酸	359.88±17.97b	467.52±35.79a	370.12±5.41b	383.88±18.55b
正癸酸	97.34±2.82b	114.39±1.94a	69.15±1.74c	99.28±5.82b
苯甲酸	298.84±41.87a	502.16±68.37a	327.25±135.88a	281.71±25.05a
小计	114 325.47±134 261.14a	74 907.03±85 753.33a	6 859.56±536.53a	149 406.96±5 110.92a
醛类化合物				
壬醛	2.24±0a	0.70±0.99a	0.61±0.86a	1.74±0.27a
苯甲醛	12.66±0.24a	9.97±0.14b	7.52±0.65c	11.61±0.52a
小计	14.90±0.25a	10.67±1.13b	8.12±0.21c	13.35±0.79a
其他化合物				
D-柠檬烯	5.92±0.11a	6.07±0.01a	5.98±0.14a	6.07±0.05a
乙偶姻	1 106.17±223.09a	996.97±234.96a	897.01±32.86a	951.48±70.17a
小计	1 112.09±222.98a	1 003.04±234.95a	902.99±33.00a	957.55±70.13a
总和	449 579.70±103 883.00	422 307.60±63 841.02	328 095.20±13 609.55	495 572.20±6 381.20

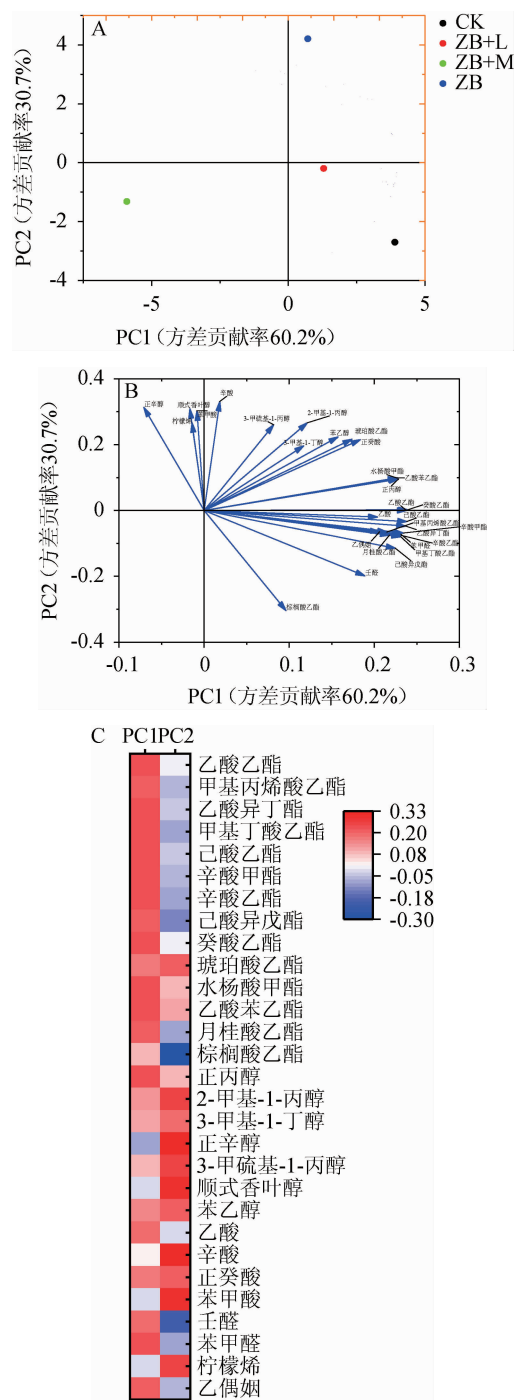
醇类化合物是酵母酒精发酵的产物。与原酒相比,纸板粗滤-膜精滤复合过滤后酒样中醇类化合物降低3.25%,值得注意的是,纸板粗滤-膜精滤复合过滤后,酒中代表桑葚酒特征香气的3-甲基-1-丁醇的变化与其他过滤处理间差异不显著($P>0.05$),代表特征香气的苯乙醇含量在纸板过滤和纸板粗滤-膜精滤复合过滤处理间差异显著($P<0.05$),但纸板粗滤-离心精滤复合过滤后酒中苯乙醇含量保留较好,与原酒和纸板过滤处理间差异不显著($P>0.05$)。说明尽管不同的过滤处理会导致香气总含量降低,但对酒样的品种香气保留较好。

酸类化合物具有脂肪、酸腐及奶油香气,当其含量高时会给酒带来不愉快的味感。与原酒相比,纸板过滤处理后酒样间辛酸与正癸酸含量变化差异显著($P<0.05$)。此外,酒样中检出的含量最高的酸类化合物为乙酸,会给酒带来刺鼻的醋酸味,这可能是酒样储存不当导致的。

综上所述,不同过滤处理均会导致酒中挥发性香气物质含量降低。其中,纸板粗滤-膜精滤复合过滤使酒中挥发性香气成分含量影响程度最大,尤其是酯类物质降低程度较大,香气物质损失严重,但对醇类物质保留较好,使酒体更加醇厚,酒香优雅。与纸板粗滤-膜精滤复合过滤相比,纸板粗滤-离心精滤复合过滤对酒中香气成分保留更好,使酒样的香气更复杂。

2.6.2 挥发性香气成分主成分分析

PCA降维后取前两个主成分分析过滤方式对桑葚果酒挥发性香气成分的影响,结果见图3。由图3a可知,前两主成分分别解释了总方差贡献率的60.2%和30.7%,累积方差贡献率为90.9%,说明前两个主成分可以解释90.9%的香气成分差异。酯类化合物集中在PC1正轴,醇类和酸类化合物集中在PC2正轴,则PC1得分越低表明香气损耗成分越大,图3a中的点PC2得分越高表明醇香比例越高。由图3a可知,不同过滤处理会导致香气成分整体含量降低,PC1得分上具体表现为CK>ZB+L>ZB>ZB+M,PC2得分上具体表现为ZB>ZB+L>ZB+M>CK。说明膜过滤对酯类香气影响更大,这会使酒样丧失部分果香,这与PRODANOV M等^[33]结果相似。由图3b可知,对酒中香气成分贡献较大的是酯类物质和醇类物质,其中表征桑葚酒特征香气的3-甲基-1-丁醇和苯乙醇均位于PC1和PC2正轴。为了进一步探讨构成前两主成分的香气化合物种类,将不同处理酒中检测出的所有香气物质进行热图分析,由图3c可知,酸类物质和酯类物质分布有一定的差异,多集中于PC2,但酯类物质分布没有明显差异,在PC1和PC2上均有分布。与膜过滤相比,离心后能够更好地释放酒样的酯类香气,并且对其他香气成分的损失较小,香气特征明显^[34]。此外,1.5~3.0 μm 纸板过滤后酒样的香气成分保留较好,与原酒较为接近。因此,纸板粗滤-离心精滤复合过滤处理最好,其在保证酒样澄清度和颜色的同时,能够最大限度保留酒样的香气。



(a)挥发性香气成分主成分得分结果;(b)挥发性香气成分主成分载荷图;
(c)挥发性香气成分聚类分析结果。

图3 过滤方式对桑葚酒香气成分的影响

Fig. 3 Effect of different filtration methods on aroma components of mulberry wine

3 结论

本试验研究了纸板过滤、纸板粗滤-膜精滤复合过滤及纸板粗滤-离心精滤复合过滤三种不同类型的过滤方式对桑葚果酒品质的影响,结果表明,桑葚酒经1.5~3.0 μm 纸板过滤、纸板粗滤-膜精滤复合过滤及纸板粗滤-离心精滤复合过滤三种不同类型的过滤方式处理后,酒样的pH、

还原糖、酒精度未见显著性差异 ($P>0.05$), 但纸板过滤后总酸显著降低 ($P<0.05$)。酒样的透光率和 ΔE 随过滤精度增加呈上升趋势, 提升了酒的澄清度。酚类物质、蛋白质和香气化合物等特征物质的含量经不同过滤处理后呈下降趋势。不同过滤处理后, 酒样的澄清度提升了37%~43%; 酚类物质含量降低了0.36%~40%; 蛋白质含量降低了12%~18%; 色差差异显著 ($P<0.05$); 香气物质含量降低了6%~17%。酒样经纸板过滤后, 再经膜或者离心过滤时, 两种精滤方式对酒样的总酚、单宁和蛋白质含量影响差异不显著 ($P>0.05$), 但膜过滤对总花色苷和香气物质含量影响较大。从品质分析, 对照膜和离心过滤处理结果发现, 离心过滤在提升酒样澄清度的同时对酒样的总花色苷及香气成分含量保留更好, 对酒中特征物质影响较小。

参考文献:

- [1] GAO T, CHEN J, XU F, et al. Mixed mulberry fruit and mulberry leaf fermented alcoholic beverages: assessment of chemical composition, antioxidant capacity *in vitro* and sensory evaluation[J]. **Foods**, 2022, 11(19): 3125.
- [2] JAN B, PARVEEN R, ZAHIRUDDIN S, et al. Nutritional constituents of mulberry and their potential applications in food and pharmaceuticals: A review[J]. **Saudi J Biol Sci**, 2021, 28(7): 3909-3921.
- [3] ZHANG W, HE J, PAN Q, et al. Separation and character analysis of anthocyanins from mulberry (*Morus alba* L.) Pomace[J]. **Czech J Food Sci**, 2011, 29(3): 268-276.
- [4] PEREZ-GREGORIO M R, REGUEIRO J, ALONSO-GONZALEZ E, et al. Influence of alcoholic fermentation process on antioxidant activity and phenolic levels from mulberries (*Morus nigra* L.)[J]. **LWT-Food Sci Technol**, 2011, 44(8): 1793-1801.
- [5] LIU S, WU C, FAN G, et al. Effects of yeast strain on anthocyanin, color, and antioxidant activity of mulberry wines[J]. **J Food Biochem**, 2017, 41(6): 1-8.
- [6] MIERCZYNSKA-VASILEV A, SMITH P A. Current state of knowledge and challenges in wine clarification[J]. **Aust J Grape Wine Res**, 2015, 21: 615-626.
- [7] EL RAYESS Y, ALBASI C, BACCHIN P, et al. Analysis of membrane fouling during cross-flow microfiltration of wine[J]. **Innov Food Sci Emerg Technol**, 2012, 16: 398-408.
- [8] 范少丽, 程平, 张志刚, 等. 桑葚果酒澄清工艺优化及其品质分析[J]. **中国酿造**, 2022, 41(5): 174-181.
- [9] COSME F, CAPAO I, FILIPE-RIBEIRO L, et al. Evaluating potential alternatives to potassium caseinate for white wine fining: Effects on physicochemical and sensory characteristics[J]. **LWT-Food Sci Technol**, 2012, 46(2): 382-387.
- [10] 常馨佳. 多级过滤对干红葡萄酒品质的影响及应用研究[D]. 杨凌: 西北农林科技大学, 2022.
- [11] FERRANDO M, GUELL C, LOPEZ F. Industrial wine making: Comparison of must clarification treatments[J]. **J Agr Food Chem**, 1998, 46(4): 1523-1528.
- [12] EL RAYESS Y, MANON Y, JITAROUK N, et al. Wine clarification with rotating and vibrating filtration (RVF): Investigation of the impact of membrane material, wine composition and operating conditions[J]. **J Membr Sci**, 2016, 513: 47-57.
- [13] MARTINEZ-LAPUENTE L, GUADALUPE Z, AYESTARAN B. Effect of egg albumin fining, progressive clarification and cross-flow microfiltration on the polysaccharide and proanthocyanidin composition of red varietal wines[J]. **Food Res Int**, 2017, 96: 235-243.
- [14] VAZQUEZ-PATEIRO I, MIRAS-AVALOS J M, FALQUE E. Influence of must clarification technique on the volatile composition of albarino and treixadura wines[J]. **Molecules**, 2022, 27(3): 1-17.
- [15] 杨璐, 范少丽, 李宏, 等. 不同澄清剂对桑葚果酒品质的影响[J]. **新疆农业科学**, 2022, 59(4): 863-873.
- [16] GHOSH P, GARG S, MOHANTY I, et al. Comparison and storage study of ultra-filtered clarified jamun (*Syzygium cumini*) juice[J]. **J Food Sci Technol-Mysore**, 2019, 56(4): 1877-1889.
- [17] MA T Z, GONG P-F, LU R-R, et al. Effect of different clarification treatments on the volatile composition and aromatic attributes of 'Italian Riesling' icewine[J]. **Molecules**, 2020, 25(11): 2657.
- [18] CHENG X, MA T, WANG P, et al. Foliar nitrogen application from veraison to preharvest improved flavonoids, fatty acids and aliphatic volatiles composition in grapes and wines[J]. **Food Res Int**, 2020, 137: 109566.
- [19] FIGUEIREDO-GONZALEZ M, CANCHO-GRANDE B, SIMAL-GANDARA J. Garnacha Tintorera-based sweet wines: Chromatic properties and global phenolic composition by means of UV-Vis spectrophotometry[J]. **Food Chem**, 2013, 140(1-2): 217-224.
- [20] 张宁波, 徐文磊, 张军翔. 澄清剂和温度对赤霞珠葡萄酒澄清效果的影响[J]. **食品工业科技**, 2019, 40(10): 87-92.
- [21] WANG X C, LI A H, DIZY M, et al. Evaluation of aroma enhancement for "Ecolly" dry white wines by mixed inoculation of selected *Rhodotorula mucilaginosa* and *Saccharomyces cerevisiae*[J]. **Food Chem**, 2017, 228: 550-559.
- [22] ROSARIA M, OLIVEIRA M, CORREIA A C, et al. Impact of cross-flow and membrane plate filtrations under winery-scale conditions on phenolic composition, chromatic characteristics and sensory profile of different red wines[J]. **Processes**, 2022, 10(2): 284-301.
- [23] 李华, 王华, 袁春龙. 葡萄酒化学[M]. 北京: 科学出版社, 2005: 184-185.
- [24] EL RAYESS Y, ALBASI C, BACCHIN P, et al. Cross-flow microfiltration applied to oenology: A review[J]. **J Membrane Sci**, 2011, 382(1-2): 1-19.
- [25] MCRAE J M, KENNEDY J A. Wine and grape tannin interactions with salivary proteins and their impact on astringency: a review of current research[J]. **Molecules**, 2011, 16(3): 2348-2364.
- [26] 李运奎, 韩富亮, 张予林, 等. 基于CIELAB色空间的红葡萄酒颜色直观表征[J]. **农业机械学报**, 2017, 48(6): 296-301.
- [27] FANZONE M, GONZALEZ-MANZANO S, PEREZ-ALONSO J, et al. Evaluation of dihydroquercetin-3-O-glucoside from Malbec grapes as copigment of malvidin-3-O-glucoside[J]. **Food Chem**, 2015, 175: 166-173.
- [28] XIONG Q M, LIU J, LIU M, et al. Fouling analysis and permeate quality evaluation of mulberry wine in microfiltration process[J]. **Rsc Adv**, 2020, 10(2): 655-665.
- [29] 刘坤, 孟军, 张建才, 等. 玫瑰花桃红葡萄酒与桃红葡萄酒基酒的香气成分研究[J]. **中国酿造**, 2020, 39(12): 136-139.
- [30] FENG Y, LIU M, OUYANG Y, et al. Comparative study of aromatic compounds in fruit wines from raspberry, strawberry, and mulberry in central Shaanxi area[J]. **Food Nutr Res**, 2015: 59.
- [31] 朱艳霞, 杨佳萼, 王沙沙, 等. 低温浸渍对‘关口葡萄’干白葡萄酒风味物质的影响[J]. **食品科学**, 2020, 41(4): 199-206.
- [32] 张娟, 张海军. 发酵结束后浸渍时间对葡萄酒香气成分及感官品质的影响[J]. **中国酿造**, 2022, 41(3): 174-179.
- [33] PRODANOV M, AZNAR M, CABELLOS J M, et al. Tangential-flow membrane clarification of Malvar (*Vitis vinifera* L.) wine: incidence on chemical composition and sensorial expression[J]. **Oeno One**, 2019, 53(4): 725-739.
- [34] 牛见明, 张波, 史肖, 等. 三种澄清方式对‘美乐’甜型桃红葡萄酒品质的影响[J]. **食品与发酵工业**, 2019, 45(16): 128-135.