

青李薄荷酒发酵工艺优化及风味成分分析

Fermentation process optimization and flavor composition analysis of plum peppermint wine

郭明遗^{1,2} 邓 艳¹ 杜前红¹ 吴华昌¹

GUO Ming-yi^{1,2} DENG Yan¹ DU Qian-hong¹ WU Hua-chang¹

(1. 四川旅游学院食品学院, 四川 成都 610100;

2. 四川旅游学院烹饪科学四川省高等学校重点实验室, 四川 成都 610100)

(1. College of Food Science and Technology, Sichuan Tourism University, Chengdu, Sichuan 610100, China;

2. Cuisine Science Key Laboratory of Sichuan Province, Sichuan Tourism University, Chengdu, Sichuan 610100, China)

摘要:目的:丰富果酒品类,多样化感官层次,以青李和薄荷为主要原料发酵制作复合果酒。方法:通过单因素试验以及响应面试验分析薄荷添加量、初始糖度、初始 pH 值、发酵温度对青李薄荷酒酒精度和品质的影响,优化发酵工艺,并对其感官、理化指标及挥发性成分进行分析。结果:青李薄荷酒的最佳发酵工艺条件为:薄荷添加量 18%、初始糖度 24%、初始 pH 值 3.9、发酵温度 21 ℃,采用此工艺发酵得到的青李薄荷酒的酒精度为 10.8%,感官评分为 84 分。残糖为 3.6 g/L,总酸为 5.15 g/L,干浸出物为 24.6 g/L。青李薄荷酒中共检测出 16 种主要香气成分,约占总香气成分的 81.48%,其中主要呈香特征化合物为具有清凉香气和留兰香风味的(+)-二氢香芹酮。结论:采用此工艺生产的青李薄荷果酒符合果酒的标准要求。

关键词:青李;薄荷;复合果酒;发酵工艺;风味成分

Abstract: Objective: In order to develop and enrich fruit wine categories and diversify sensory levels, plum and peppermint were chosen out as the main materials for fermenting a compound fruit wine. Methods: Single factor test and response surface test were used to analyze the effects of mint addition amount, initial sugar degree, initial pH value and fermentation temperature on the alcohol and quality of plum peppermint wine. The fermentation process was optimized, and its sensory was

analyzed. Moreover, the sensory, physical and chemical indexes and volatile components were detected. Results: The optimum fermentation conditions were as follows: peppermint content 18%, initial sugar concentration 24%, initial pH 3.9, fermented at 21 ℃. Under the control of these conditions, the alcohol content, sensory score, total sugar, total acid and dry extract content was 10.8%, 84, 3.6 g/L, 5.15 g/L and 24.6 g/L, respectively. A total of 16 kinds of flavor components were detected based on SPME-GC-MS, accounting for 81.48% of the total volatile components. The main aromatic compounds were (+)-dihydrocarvone, which had cool aroma and the flavor of orchids. Conclusion: The plum peppermint wine produced by the optimization process meets the standard requirements of fruit wine.

Keywords: plum; peppermint; compound fruit wine; fermentation process; flavor component

青李属于蔷薇科李属植物,世界各地均有种植,7—8 月成熟^[1]。新鲜的青李富含糖、微量蛋白质、胡萝卜素、钙、磷、铁、V_{B1}、V_{B2}、V_C、微量的硫胺素、核黄素等成分^[2-3]。果实中还含有促进胃酸消化的分泌物质,能够促进肠胃蠕动,促进人体消化吸收^[4],是一种具有营养保健功效的水果,具有适宜的糖酸比、独特的香气和生物活性成分,是酿造果酒的理想原料^[5-6]。薄荷又称夜息香、银丹草、鱼香菜,属于唇形科薄荷,多年生宿根性草本芳香植物,是一种具有传统的药食同源性植物^[7]。薄荷中含有挥发油、黄酮、氨基酸类、萜类、醌类和酚类等物质^[8-9],其中主要香气物质有薄荷脑、大茴香脑、香芹酮、薄荷酮^[10],是缓解紧张性头痛^[11]的标准治疗药物。薄荷中化学成分丰富,具有抗炎、抗氧化、抗肿瘤、抗病毒等多

基金项目:四川省自然科学基金项目(编号:2022NSFSC1676);烹饪科学四川省高等学校重点实验室资助项目(编号:PRKX2021Z03);四川旅游学院校级科研项目(编号:2021SCTUZK73)

作者简介:郭明遗(1986—),男,四川旅游学院高级工程师,博士。
E-mail:514193931@qq.com

收稿日期:2022-09-25 **改回日期:**2023-02-10

种药理作用,具有很高的药用价值^[12-13]。

随着果酒需求的逐年增加,开发具有较高功能活性的多品种、多混合新型复合型果酒势在必行。复合果酒保留了水果本身的风味和营养物质,并通过复合弥补或突出质量特征,酒精度较低,且多数果酒中含有能够抑制 α -葡萄糖苷酶活性的绿原酸^[14]等成分,能够降低餐后高血糖,适合大多数人们饮用。国内外已有相关研究关注李子酒的酿造研究开发,赵驰等^[15]对李子果酒的理化指标及挥发性成分变化进行了探究;胡云峰等^[16]研究了布朗李果酒的最佳发酵工艺,发现布朗李果酒酒精度较高为 11.9%;曾顺德等^[17]对青脆李果酒的发酵和澄清工艺进行研究,发现青脆李果酒发酵性能最佳时的果酒酵母为 RV818。而对于以青李为主体发酵原料的复合果酒的研究开发,有待进一步深入。研究拟以单因素为基础,通过响应面试验优化青李薄荷果酒的发酵工艺,并利用 SPME-GC-MS 对青李薄荷酒的风味成分进行分析鉴定,明确影响其香气的主要呈味物质,以期为青李薄荷酒的产业化开发利用提供理论依据。

1 材料和方法

1.1 材料与试剂

D-异抗坏血酸、无水柠檬酸、焦亚硫酸钾:食品级,诸城华源生物科技有限公司;

食品级果胶酶:3 万 U/g,山东隆科特酶制剂有限公司;

氢氧化钠、亚铁氰化钾、乙酸锌、葡萄糖、酒石酸钠、无水硫酸铜等:分析纯,成都金山化学试剂有限公司;
青李、薄荷:市售。

1.2 仪器与设备

顶空固相萃取—气相色谱—质谱(SPME-GC-MS)联用仪:680-SQ8T 型,珀金埃尔默股份有限公司;

pH 计:FE28-Standard 型,梅特勒—托利多仪器(上海)有限公司;

恒温破壁料理机:SP21-800 型,浙江苏泊尔股份有限公司;

电热恒温水浴锅:DZKW-S-8 型,北京市永光明医疗仪器有限公司;

电子天平:GL2241-1SCN 型,赛多利斯科学仪器(北京)有限公司;

恒温培养箱:GZ-150-S 型,韶关市广智科技设备有限公司。

1.3 青李薄荷酒制备工艺

1.3.1 工艺流程

青李→清洗→去核→护色→打浆→混合薄荷原浆→酶解→灭酶→过滤→调配→添加焦亚硫酸钾→接种酵母→发酵→过滤澄清→抑菌→青李薄荷复合果酒

1.3.2 操作要点

(1) 选料、清洗:选用新鲜无腐烂变质、无虫害的青李和薄荷,清洗、沥干后备用。

(2) 护色:用 0.08% 的 *D*-异抗坏血酸溶液分别对去核后的青李和薄荷浸润预处理 10 min 进行护色。

(3) 打浆:青李按 $m_{\text{青李}} : m_{\text{水}} = 1 : 1$ 加水榨汁,获得青李汁;薄荷按 $m_{\text{薄荷}} : m_{\text{水}} = 1 : 1$ 加水榨汁,获得薄荷汁。

(4) 混合酶解:将制备的青李汁和薄荷汁按一定比例混合后得到青李薄荷发酵原汁,添加 0.04% 的果胶酶于 50 ℃ 的恒温水浴中酶解 90 min。

(5) 灭酶:酶解结束后,立即将青李薄荷汁放置于 90 ℃ 的恒温水浴中灭酶处理 5 min。

(6) 过滤:将灭酶后的青李薄荷汁冷却至室温,用纱布过滤,去除粗杂物。

(7) 调配:取设计比例青李薄荷汁于三角瓶中,加入一定量焦亚硫酸钾抑制杂菌,然后添加设计量白砂糖调整初始糖度,并检测及添加无水柠檬酸或氢氧化钠调整 pH 至试验所需酸度。

(8) 接种发酵:接入设计量活化后的酿酒酵母菌悬液,将接种好的青李薄荷汁置于恒温培养箱中设定一定的温度条件进行发酵。

(9) 澄清及抑菌:发酵完成后,0.45 μm 过滤去掉果渣,获得澄清酒液,添加 80 mg/L 的焦亚硫酸钾抑菌,静置陈酿,得到青李薄荷复合果酒成品。

1.3.3 单因素及响应面试验 以薄荷汁添加量 15%、焦亚硫酸钾添加量 0.04 g/L、初始糖度 24%、初始 pH 值 4.0、酿酒酵母接种量 0.5% 及发酵温度 22 ℃、发酵时间 6 d 为基础发酵条件^[15],分别设置薄荷汁添加量(5%, 10%, 15%, 20%, 25%)、焦亚硫酸钾添加量(0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10 g/L)、初始糖度(20%, 22%, 24%, 26%, 28%)、初始 pH 值(3.0, 3.5, 4.0, 4.5, 5.0)、酿酒酵母接种量(0.1%, 0.3%, 0.5%, 0.7%, 0.9%)及发酵温度(18, 20, 22, 24, 26 ℃)、发酵时间(3, 4, 5, 6, 7 d),以感官评分和酒精度为指标,判断各单因素对青李薄荷酒的影响。

通过单因素试验,根据响应面 Box-Behnken 设计,选择薄荷添加量、初始糖度、初始 pH 值、发酵温度为自变量,青李薄荷酒的感官评分和酒精度为响应值,进行四因素三水平的响应面试验分析,确定青李薄荷酒最佳发酵工艺条件。

1.3.4 理化指标检测及感官评价方法

(1) 总糖、酒精度、干浸出物测定:分别采用直接滴定法、密度瓶法、密度瓶法^[18]。

(2) 总酸:采用酸碱指示剂滴定法^[19]。

(3) 感官评价标准:根据青李薄荷酒的特性,以青李

薄荷酒的外观、香气、滋味、风格 4 项基本指标为感官评分项目,选取 10 名受过专业感官训练的人员组成评定小组参照评分标准对青李薄荷酒进行感官评分,评分标准如表 1 所示。

表 1 青李薄荷酒的感官评分标准

Table 1 Sensory rating criteria of the plum peppermint wine

项目	评分标准	感官评分
外观 (20 分)	青李薄荷酒清亮透明,有光泽	20
	澄清,无悬浮物,光泽不明显	15~19
	微浑浊,光泽较暗	<15
香气 (30 分)	青李果香、薄荷清香,酒香浓郁明显,协调	26~30
	悦人	
	青李果香、薄荷清香较淡,酒香较淡,尚悦人	20~25
	青李果香、薄荷清香不明显,酒香较淡或微弱,有异香	<20
滋味 (40 分)	酒体丰满,醇厚,酸甜适口,清凉爽口,回味绵长	35~40
	调和恰当,柔和爽口,纯正无杂,有淡淡薄荷味	30~35
	酸,涩,平淡,薄荷味较重,欠浓郁,有杂异味	<30
	风格	
风格 (10 分)	典型完美,独具一格,优雅无缺	10
	有典型性,不够优雅	7~9
	失去本品典型性	<7

1.3.5 青李薄荷酒风味成分的测定

(1) 顶空固相萃取:取青李薄荷酒样品 7 mL 于 15 mL 顶空瓶中并用聚四氟乙烯隔垫密封,将固相微萃取器插入样品瓶中后推出萃取头于样品上方,萃取吸附条件为 40 ℃、40 min。

(2) 色谱(MS)条件:选用 DB-WAX 色谱柱,进样口温度 240 ℃,不分流,载气为氦气,流速 1 mL/min,程序升温:45 ℃保持 3 min,再以 2 ℃/min 升至 220 ℃保持 15 min。

(3) 质谱(MS)条件:电离方式为 EI,电离电压 70.1 eV,离子源温度为 230 ℃,四级杆温度为 150 ℃,扫描范围为 20~450 (m/z),溶剂延迟 3 min。利用峰面积归一法计算香气成分的相对含量。

1.4 数据分析

通过 Origin 2021 软件对数据进行处理;响应面试验运用 Design-Expert 8.0.6 软件进行分析和设计。每组试验平行 3 次,结果以平均值±标准差表示。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 薄荷添加量对青李薄荷酒品质的影响 由图 1 可知,当薄荷添加量为 5%~15%时,青李薄荷酒的感官评分同酒精度均呈上升趋势,在添加量为 15%时,酒精度和感官评分呈现最大值,此时青李薄荷酒的风味较好,酒香浓郁,协调悦人。当薄荷添加量为 15%~25%时,青李薄荷酒色泽较暗且薄荷味较重,导致其感官评分逐渐下降。因此,综合考虑选择薄荷添加量 10%,15%,20%为后续响应面试验设计的 3 个水平。

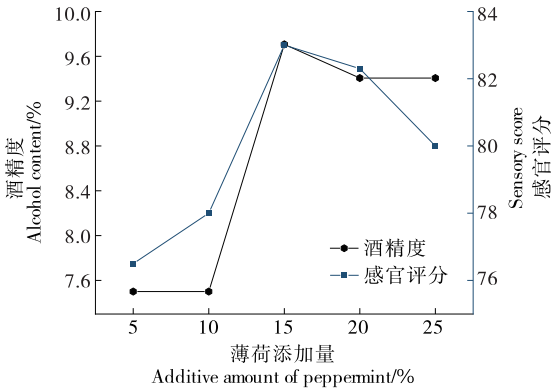


图 1 薄荷添加量对青李薄荷酒品质的影响

Figure 1 Effects of addition amount of peppermint on quality of plum peppermint wine

2.1.2 焦亚硫酸钾添加量对青李薄荷酒品质的影响 由图 2 可知,随着焦亚硫酸钾添加量的增加,青李薄荷酒的感官评分呈先升后降的趋势,当焦亚硫酸钾添加量为 0.06 g/L 时,青李薄荷酒的口感较好,色泽透亮,感官评分最高(为 83.7 分),酒精度为 9.5%;当焦亚硫酸钾添加量>0.08 g/L 时,酿酒酵母对二氧化硫的耐受能力达到最大限度,过量的二氧化硫进入酿酒酵母体内导致其体内 pH 值急剧降低^[20],从而影响了酿酒酵母的正常生长

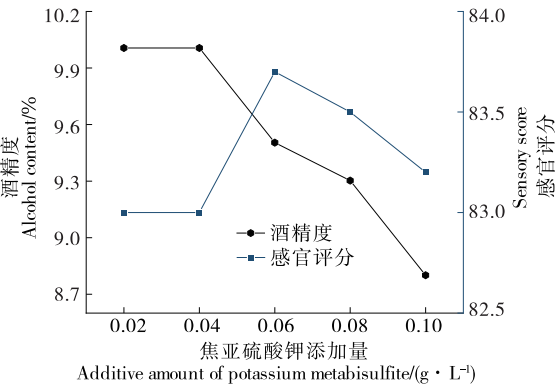


图 2 焦亚硫酸钾添加量对青李薄荷酒品质的影响

Figure 2 Effect of potassium metabisulfite on quality of plum peppermint wine

代谢,造成发酵酒精度低。综合考虑,选择焦亚硫酸钾添加量为 0.06 g/L 进行后续试验。

2.1.3 初始糖度对青李薄荷酒品质的影响 由图 3 可知,当初始糖度为 20%~24%时,青李薄荷酒的感官评分呈上升趋势。当初始糖度为 24%时,其感官评分最高为 83.6 分,酒精度为 9.6%,此时酒体风味较好,该糖度有利于青李薄荷酒发酵。当初始糖度为 24%~28%时,随着初始糖度增加,青李薄荷酒的感官评分降低。糖分是酵母发酵的主要动力来源,发酵过程中糖分会转化成乙醇、酯类等物质,初始糖度过低时,酿酒酵母发酵动力不足^[21];初始糖度过高,酒质特征发生明显变化,从而影响其感官评分和酒精度^[22]。因此,综合考虑青李薄荷酒的感官评分和酒精度,选择初始糖度为 22%,24%,26%进行后续试验。

2.1.4 初始 pH 值对青李薄荷酒品质的影响 由图 4 可知,随初始 pH 值的变化,青李薄荷酒的酒精度呈先升高后趋于平稳的趋势,而感官评分呈先升高后下降的趋势。当 pH 值为 3.0~4.0 时,青李薄荷酒的酒精度较低,感官评分较低,说明初始 pH 值较低抑制了酿酒酵母的生长,

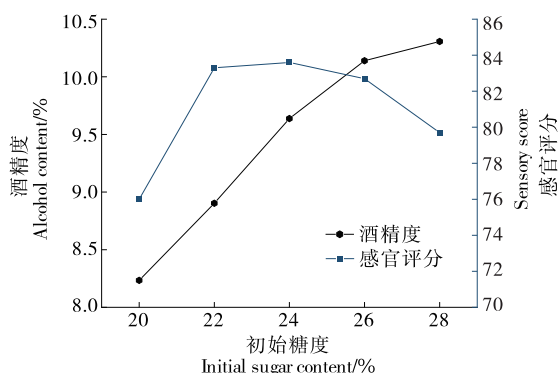


图 3 初始糖度对青李薄荷酒品质的影响

Figure 3 Effects of initial sugar content on quality of plum peppermint wine

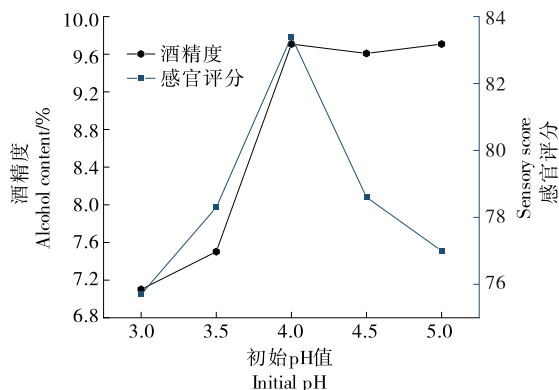


图 4 初始 pH 值对青李薄荷酒品质的影响

Figure 4 Effects of initial pH value on quality of plum peppermint wine

不利于青李薄荷酒风味物质的形成。当 pH 值为 4.0 时,青李薄荷酒的酒精度和感官评分均达到最大值,分别为 9.7%和 83.4 分,说明在此 pH 值下发酵的青李薄荷酒香气适宜、柔和爽口。当 pH 值为 4.0~5.0 时,感官评分逐渐降低,此时的青李薄荷酒酒香微弱、口感欠浓郁,可能是由于此 pH 值范围适宜而导致非酿酒杂菌生长,从而影响了青李薄荷酒品质的感官评分,故选择最适合青李薄荷酒发酵的初始 pH 值为 3.5,4.0,4.5 进行后续响应面试验。

2.1.5 酵母接种量对青李薄荷酒品质的影响 由图 5 可知,当酿酒酵母接种量为 0.1%~0.5%时,青李薄荷酒的感官评分和酒精度呈上升趋势。当酿酒酵母接种量为 0.5%时,青李薄荷酒的感官评分与酒精度达到最高值,分别为 83.3 分、10.0%。当酿酒酵母接种量为 0.5%~0.9%时,感官评分逐渐降低,此时青李薄荷酒欠浓郁,而酒精度稳定不变,说明当酵母接种量达到一定限度后对酒精度的影响较小。酿酒酵母在发酵过程中会产生酒精及其他的香气成分^[23],接种量较低时糖分不能被充分发酵;接种量过高时,由于总糖浓度一定而对酒精度影响小,但代谢菌体过多使得果酒产生不愉快的滋味,从而降低青李薄荷酒的感官评分。综合考虑,选择酿酒酵母接种量为 0.5%。

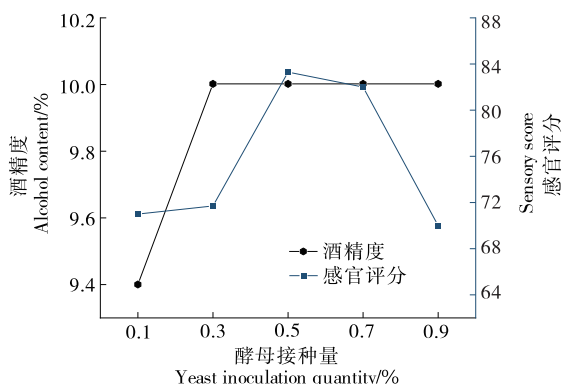


图 5 酵母接种量对青李薄荷酒品质的影响

Figure 5 Effects of yeast inoculation amount on quality of plum peppermint wine

2.1.6 发酵温度对青李薄荷酒品质的影响 由图 6 可知,当发酵温度为 18~26 ℃时,青李薄荷酒感官评分呈先升高后降低趋势。当发酵温度为 22 ℃时,青李薄荷酒感官评分达到最高。当发酵温度为 18 ℃时,酿酒酵母受低温影响生长受到抑制,导致青李薄荷酒发酵不充分,酒精度偏低进而影响了青李薄荷酒的感官评分;当发酵温度升高,酿酒酵母代谢加快^[20],导致青李薄荷酒滋味不佳、感官评分降低。综合酒精度和感官评分结果,选择青李薄荷酒发酵温度为 20,22,24 ℃进行后续试验。

2.1.7 发酵时间对青李薄荷酒品质的影响 由图 7 可

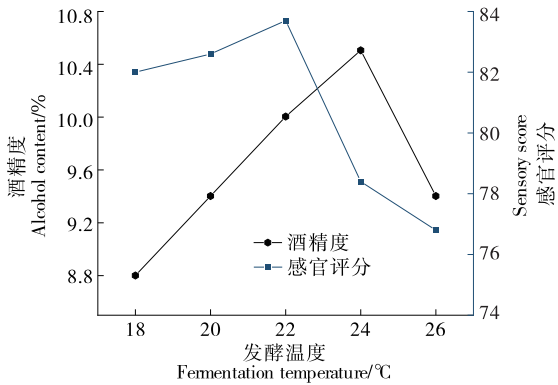


图 6 发酵温度对青李薄荷酒品质的影响

Figure 6 Effects of fermentation temperature on quality of plum peppermint wine

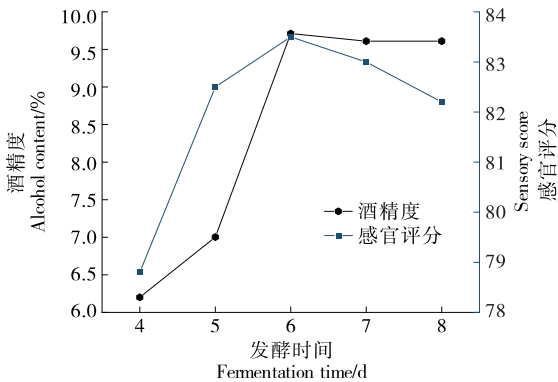


图 7 发酵时间对青李薄荷酒品质的影响

Figure 7 Effect of fermentation time on quality of plum peppermint wine

知,当发酵时间为 3~6 d 时,青李薄荷酒的感官评分和酒精度均呈上升趋势。当发酵时间为 6 d 时,青李薄荷酒感官评分和酒精度均达到最大值,分别为 83.5 分和 9.7%,此时青李薄荷酒酒体醇厚,色泽透亮,有光泽。当发酵时间为 6~8 d 时,青李薄荷酒的酒精度稳定,而感官评分下降,此时青李薄荷酒的异杂味逐渐凸显,可能是由于发酵时间过长,导致发酵过度影响了青李薄荷酒的风味。因此,综合考虑选择发酵时间为 6 d 进行后续试验。

2.2 青李薄荷酒发酵工艺优化响应面试验

选择薄荷添加量、初始糖度、初始 pH 值、发酵温度为自变量(见表 2),以感官评分、酒精度作为响应值,进行响应面优化试验,响应面试验设计与结果如表 3 所示。

用 Design-Expert 8.0.6 软件,分别以青李薄荷酒的感官评分、酒精度为响应值对表 3 试验结果进行二次多元回归拟合分析,得到相应的二次多元回归方程:

$$Y_1 = 83.48 + 1.41A - 0.26B - 0.86C - 1.18D - 2.93AB - 1.90AC - 0.70AD + 0.30BC + 1.55BD + 2.28CD - 2.63A^2 - 4.48B^2 - 4.13C^2 - 2.88D^2, \quad (1)$$

表 2 青李薄荷酒发酵工艺响应面试验因素与水平设计
Table 2 Designing for response surface test factors level of plum peppermint wine

水平	A 薄荷添加量/%	B 初始糖度/%	C 初始 pH 值	D 发酵温度/°C
—1	10	22	3.5	20
0	15	24	4.0	22
1	20	26	4.5	24

表 3 青李薄荷酒响应面试验设计及结果

Table 3 Design and results of the response surface experiments for plum peppermint wine

试验号	A	B	C	D	Y ₁ 感官评分	Y ₂ 酒精度/%
1	0	—1	0	1	73.0±0.41	9.9±0.11
2	0	—1	0	—1	79.3±0.57	10.3±0.08
3	0	—1	1	0	73.6±0.43	9.6±0.08
4	0	—1	—1	0	75.1±0.79	10.2±0.07
5	0	1	1	0	74.0±0.24	9.7±0.08
6	1	0	—1	0	82.7±0.22	10.5±0.08
7	1	1	0	0	74.0±0.33	10.6±0.04
8	—1	1	0	0	78.0±0.36	9.8±0.08
9	—1	—1	0	0	73.8±0.22	9.9±0.03
10	0	0	0	0	84.5±0.45	10.8±0.04
11	0	0	1	1	77.5±0.57	9.4±0.04
12	1	0	0	1	76.6±0.50	10.0±0.14
13	0	0	0	0	82.2±0.67	10.9±0.04
14	0	0	0	0	83.7±0.24	10.5±0.04
15	0	0	—1	1	74.3±0.24	9.7±0.08
16	1	—1	0	0	81.5±0.36	10.5±0.08
17	0	0	0	0	83.8±0.59	10.7±0.07
18	0	1	—1	0	74.3±0.51	9.7±0.08
19	0	0	0	—1	75.0±0.36	10.1±0.07
20	—1	0	—1	0	74.0±0.33	9.7±0.08
21	1	0	0	—1	79.8±0.22	10.6±0.04
22	0	0	—1	—1	80.9±0.51	9.8±0.08
23	—1	0	1	0	74.9±0.70	9.4±0.07
24	—1	0	0	1	76.3±0.50	9.9±0.15
25	0	1	0	—1	76.5±0.41	10.2±0.07
26	—1	0	0	—1	76.7±0.36	9.8±0.08
27	0	1	0	1	76.4±0.65	10.0±0.07
28	1	0	1	0	76.0±0.57	10.0±0.08
29	0	0	0	0	83.2±0.80	10.7±0.04

$$Y_2 = 10.72 + 0.31A - 0.033B - 0.12C - 0.16D + 0.050AB - 0.050AC - 0.17AD + 0.15BC + 0.050BD - 0.15CD - 0.24A^2 - 0.28B^2 - 0.61C^2 - 0.37D^2. \quad (2)$$

对青李薄荷酒发酵工艺的响应面试验数据进行方差分析,结果如表 4 所示。根据方差分析,模型 $P_{Y_1} < 0.000\ 1$ 、 $P_{Y_2} < 0.000\ 1$ ($P < 0.01$),说明模型极显著;且失拟项 $P_{Y_1} = 0.216\ 4$ 、 $P_{Y_2} = 0.632\ 8$ ($P > 0.05$)不显著,表明未知因素对青李薄荷酒发酵工艺的响应面试验结果干扰较小,可以通过模型确定以感官评分与酒精度为响应值

时青李薄荷酒发酵的最佳工艺条件。青李薄荷酒 $R^2_{Y_1} = 0.947\ 5$ 、 $R^2_{\text{adj},Y_1} = 0.895\ 0$ 、 $R^2_{Y_2} = 0.947\ 8$ 、 $R^2_{\text{adj},Y_2} = 0.895\ 6$,表明感官评分和酒精度的试验值与预测值之间有良好的拟合度,感官评分与酒精度的变异系数(C.V.)分别为 1.53%,1.38%,均小于 5.00%,青李薄荷酒发酵工艺的试验模型重现性较好。

表 4 酒精度和感官评分的响应面试验结果方差分析[†]

Table 4 Response surface analysis of variance for alcohol content and sensory evaluation

方差来源	平方和		自由度	均方		F 值		P 值	
	Y ₁	Y ₂		Y ₁	Y ₂	Y ₁	Y ₂	Y ₁	Y ₂
模型	357.22	4.91	14	25.52	0.35	18.05	18.15	<0.000 1**	<0.000 1**
A	23.80	1.14	1	23.80	1.14	16.84	59.04	0.001 1**	<0.000 1**
B	0.80	0.01	1	0.80	0.01	0.57	0.69	0.464 1	0.420 1
C	8.84	0.16	1	8.84	0.16	6.25	8.45	0.025 4*	0.011 5*
D	16.57	0.30	1	16.57	0.30	11.72	15.57	0.004 1**	0.001 5**
AB	34.22	0.01	1	34.22	0.01	24.21	0.52	0.000 2**	0.483 7
AC	14.44	0.01	1	14.44	0.01	10.22	0.52	0.006 5**	0.483 7
AD	1.96	0.12	1	1.96	0.12	1.39	6.34	0.258 6	0.024 6*
BC	0.36	0.09	1	0.36	0.09	0.25	4.66	0.621 6	0.048 8*
BD	9.61	0.01	1	9.61	0.01	6.80	0.52	0.020 7*	0.483 7
CD	20.70	0.09	1	20.70	0.09	14.65	4.66	0.001 8**	0.048 8*
A ²	44.78	0.38	1	44.78	0.38	31.68	19.88	<0.000 1**	0.000 5**
B ²	130.04	0.51	1	130.04	0.51	92.00	26.48	<0.000 1**	0.000 1**
C ²	110.51	2.38	1	110.51	2.38	78.18	123.22	<0.000 1**	<0.000 1**
D ²	53.71	0.88	1	53.71	0.88	38.00	45.55	<0.000 1**	<0.000 1**
残差	19.79	0.27	14	1.41	0.02				
失拟项	16.88	0.18	10	1.69	0.02	0.77	0.91	0.216 4	0.632 8
纯误差	2.91	0.09	4	0.73	0.02				
总离差	377.01	5.18	28						

[†] * 表示对结果影响显著($P < 0.05$); ** 表示对结果影响极显著($P < 0.01$)。

由感官评分方差分析结果可以得出,一次项 A、D,交互项 AB、AC、CD,二次项 A₂、B₂、C₂、D₂对青李薄荷酒感官评分的影响极显著($P < 0.01$);一次项 C,交互项 BD对青李薄荷酒感官评分的影响显著($P < 0.05$)。图 8(a)~图 8(c)中薄荷添加量与初始糖度、初始 pH 值与薄荷添加量、初始 pH 值与发酵温度的交互作用极显著。图 8(d)中等高线近似椭圆形,说明初始糖度与发酵温度的交互作用对青李薄荷酒感官评分的影响显著。

结合方差分析结果,一次项 A、D,二次项 A₂、B₂、C₂、D₂对青李薄荷酒酒精度的影响极显著($P < 0.01$);交互项 AD、BC、CD对青李薄荷酒酒精度的影响显著($P < 0.05$);其他项则对青李薄荷酒酒精度的影响不显著($P > 0.05$)。如图 9 所示,薄荷添加量与发酵温度、初始糖度与初始 pH 值、初始 pH 值与发酵温度两两相互作用对青李薄荷酒酒精度的影响显著,等高线皆呈椭圆形。

2.3 最佳工艺的验证实验

通过 Design-Expert 8.0.6 软件对回归模型方程求解得出最佳工艺条件为:薄荷添加量 18.17%、初始糖度 23.52%、初始 pH 值 3.89,发酵温度 21.23 ℃,在此条件下感官评分的理论值为 84.38 分,酒精度的理论值为 10.85%。为便于实际操作,调整工艺参数为薄荷添加量 18%、初始糖度 24%、初始 pH 值 3.9、发酵温度 21 ℃,进行 3 次平行重复验证实验,得到青李薄荷酒的感官评分为 84 分,酒精度为 10.8%,与理论值相差不大,证明该结果合理可靠。

2.4 青李薄荷酒质量指标结果

2.4.1 理化指标 在最佳发酵工艺条件下得到的青李薄荷酒理化指标的检测结果见表 5。符合 QB/T 5476—2020《果酒通用技术要求》和 NY/T 1508—2017《绿色食品 果酒》标准要求。

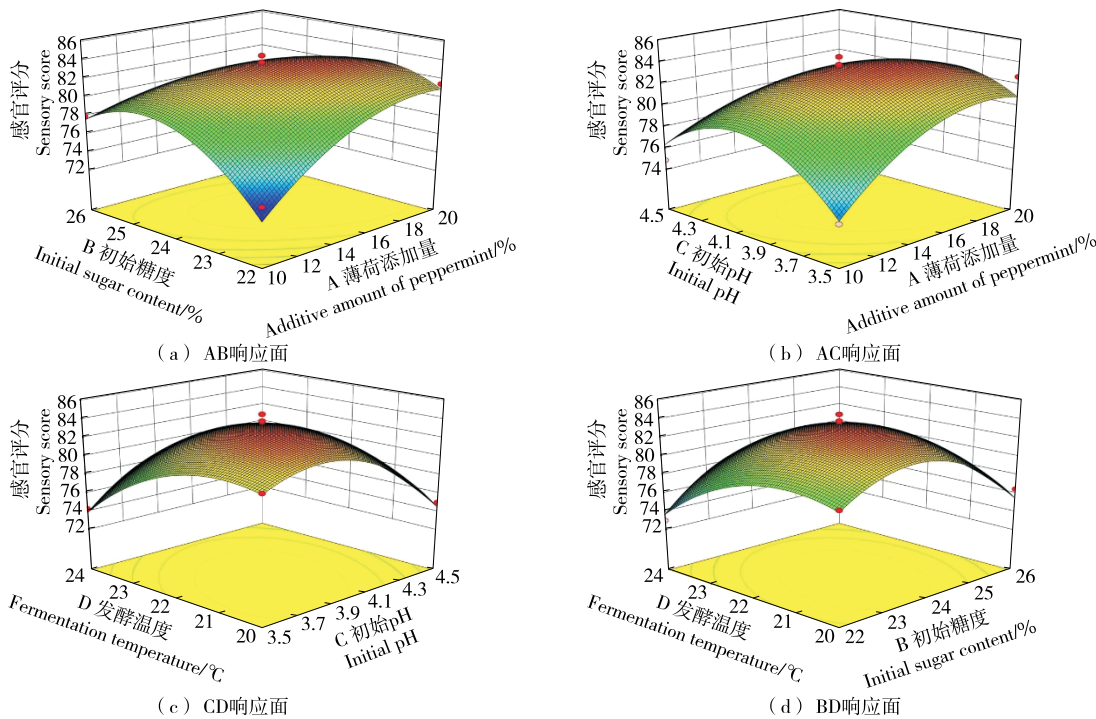


图 8 因素交互作用对青李薄荷酒感官评分影响

Figure 8 Effects of factor interaction on sensory rating of plum peppermint wine

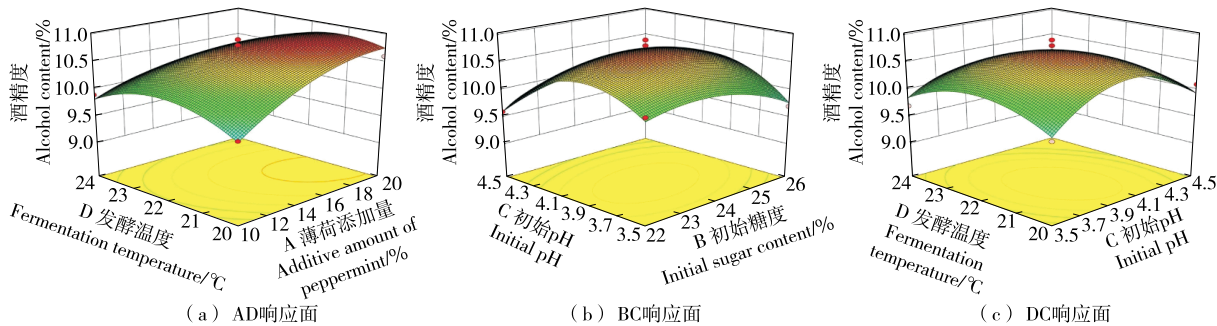


图 9 因素交互作用对青李薄荷酒酒精度影响

Figure 9 Effects of factor interaction on alcohol content of plum peppermint wine

表 5 青李薄荷酒理化指标

Table 5 The physicochemical characteristics of plum peppermint wine

检测指标	单位	检测结果	标准要求 ^[24-25]
酒精度	%	10.80±0.08	7~18
总糖(以葡萄糖计)	g/L	3.60±0.07	≤150
总酸(以酒石酸计)	g/L	5.15±0.06	≤15.0
干浸出物	g/L	24.60±1.35	≥10.0

2.4.2 青李薄荷酒风味成分分析 按最佳发酵工艺发酵出的青李薄荷酒的香气成分经过 SPME-GC-MS 分析,测定结果见表 6。

由表 6 可知,青李薄荷酒中的香气成分经过 SPME-

GC-MS 分析鉴定,保留相似度≥70%的香气成分,共检出青李薄荷酒中 16 种主体香气物质,约占总香气成分的 81.481%,其中包括酯类物质 6 种(15%)、醇类物质 4 种(11.45%)、醛类 1 种(0.45%)、酮类 1 种(39.27%)、萜烯类 1 种(6.88%)、烃类 1 种(2.40%)、其他类 2 种(6.04%)。青李薄荷酒中香气成分含量较高的分别是(+)-二氢香芹酮、乙酸异戊酯、二氢香芹醇、桉叶油醇、己酸乙酯,对青李薄荷酒主体香气成分进行分析发现酮类物质(+)-二氢香芹酮具有清凉香气和留兰香风味;醇类物质二氢香芹醇兼具留兰香香气和胡椒香味,异戊醇具有苹果白兰地香气和辛辣味^[26],苯乙醇具有玫瑰香味,龙脑具有樟脑和松木香气,其中(+)-二氢香芹酮和二氢香芹醇是青李薄荷酒中重要的呈香物质。酯类物质中乙酸

表 6 青李薄荷酒 SPME-GC-MS 主体香气成分鉴定结果

Table 6 The main flavor components of plum peppermint wine by SPME-GC-MS

种类	保留时间/min	香气物质名称	分子式	相对含量/%	总计/%
酯类	7.541	乙酸乙酯	C ₄ H ₈ O ₂	0.050	15.00
	9.796	乙酸异戊酯	C ₇ H ₁₄ O ₂	7.825	
	13.674	甲酸戊酯	C ₆ H ₁₂ O ₂	0.047	
	16.333	己酸乙酯	C ₈ H ₁₆ O ₂	5.877	
	17.187	乙酸己酯	C ₈ H ₁₆ O ₂	0.864	
	33.642	乙酸苯乙酯	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	0.337	
醇类	5.870	异戊醇	C ₅ H ₁₂ O	2.488	11.45
	23.702	苯乙醇	C ₈ H ₁₀ O	0.675	
	30.002	二氢香芹醇	C ₁₀ H ₁₈ O	7.462	
	27.805	龙脑	C ₁₀ H ₁₈ O	0.820	
醛类	23.314	正壬醛	C ₉ H ₁₈ O	0.448	0.45
酮类	29.797	(+)-二氢香芹酮	C ₁₀ H ₁₆ O	39.268	39.27
萜烯类	18.282	桉叶油醇	C ₁₀ H ₁₈ O	6.882	6.88
烃类	27.355	(+)-对薄荷-2,8-二烯 (3R,6R)-3-异	C ₁₀ H ₁₆	2.396	2.40
		丙烯基-6-甲基环己烯			
其他类	15.213	—	C ₈ H ₁₆ O	1.652	6.04
	30.197	—	C ₁₀ H ₁₆ O	4.390	

乙酯、甲酸戊酯、己酸乙酯、乙酸己酯等具有令人愉快的水果香气和酸甜味道,乙酸异戊酯具有香蕉气味,乙酸苯乙酯具有甜蜜的玫瑰香气、桃香香气,其中乙酸异戊酯、己酸乙酯是青李薄荷酒中主要呈香物质。醛类物质正壬醛具有玫瑰和柑橘的香气;萜烯类物质桉叶油醇具有桉叶油和薰衣草油的韵味,均在青李薄荷酒中起到部分的呈香作用。此外,青李薄荷酒中的苯乙醇、乙酸己酯、龙脑、乙酸乙酯、甲酸戊酯等物质相对含量较低,但对青李薄荷酒中的香气成分起一定的补充作用。复合果酒因原材料、发酵时间、发酵工艺等不同呈现出复杂而迷人的香气^[27],开发与丰富果酒品类,多样化感官层次是复合果酒深入挖掘的重点领域。

3 结论

通过响应面法确定了青李薄荷酒的最佳发酵工艺条件:薄荷添加量 18%、初始糖度 24%、初始 pH 值 3.9、发酵温度 21℃。该条件下制备的青李薄荷酒的感官评分为 84 分,酒精度为 10.8%,酒体中包含 16 种主体香气成分,最主要的香气成分为(+)-二氢香芹酮。青李薄荷混合发酵果酒风味良好,清凉爽口,醇厚柔顺,香气纯正浓郁、典型香气特征突出,具有一定的大规模工业化应用开发价值。后续将深入研究产品长期贮藏品质的稳定性及营养风味的变化。

参考文献

[1] 邢玉青, 石飞, 王君. 复合澄清剂对李子酒澄清效果的研究[J].

中国酿造, 2021, 40(1): 188-191.
XING Y Q, SHI F, WANG J. Effect of compound clarifier on plum wine clarification[J]. China Brewing, 2021, 40(1): 188-191.
[2] YU J W, LI W, YOU B Y, et al. Phenolic profiles, bioaccessibility and antioxidant activity of plum (*Prunus salicina* lindl) [J]. Food Research International. 2021, 143(9): 110300.
[3] ANNA B, KENT J F, MICHAEL R, et al. Phytochemicals in Japanese plums: Impact of maturity and bioaccessibility[J]. Food Research International, 2014, 65: 20-26.
[4] 李亚兰, 童凯, 雷雨, 等. 李子发酵果酒生产工艺研究综述[J]. 中国酿造, 2020, 39(11): 21-24.
LI Y L, TONG K, LEI Y, et al. Research on fermentation process of plum fruit wine[J]. China Brewing, 2020, 39(11): 21-24.
[5] LIU G M, WEI P, TANG Y Y, et al. Evaluation of bioactive compounds and bioactivities in plum (*Prunus salicina* lindl.) wine [J]. Frontiers in Nutrition, 2021, 8: 766415.
[6] 赵治兵, 刘永玲, 李莹, 等. 二氧化氯浓度对翠红李贮藏品质的影响[J]. 食品与机械, 2021, 37(8): 153-157.
ZHAO Z B, LIU Y L, LI Y, et al. Effect of chlorine dioxide concentration on storage quality of cuihong plum [J]. Food & Machinery, 2021, 37(8): 153-157.
[7] 蒋梦宇, 费泓浩, 于欣蕊, 等. 薄荷活性成分及其提取技术的研究进展[J]. 化工技术与开发, 2022, 51(Z1): 57-59.
JIANG M Y, FEI H H, YU X R, et al. Research progress on active ingredient of mentha haplocalyx briq and its extraction technology [J]. Technology & Development of Chemical Industry, 2022, 51 (Z1): 57-59.

- [8] MCKAY D L, BLUMBERG J B. A review of the bioactivity and potential health benefits of peppermint tea (*Mentha piperita* L.) [J]. *Phytotherapy Research*, 2006, 20(8): 619-633.
- [9] 陆智. 气相色谱—质谱指纹图谱结合聚类分析在薄荷香精风味品质稳定性分析中的应用[J]. *现代食品科技*, 2018, 34(9): 283-290.
- LU Z. Evaluation of flavor quality stability of peppermint essential oils using gas chromatography-mass spectrometry fingerprints in combination with cluster analysis [J]. *Modern Food Science and Technology*, 2018, 34(9): 283-290.
- [10] ROHIT D S, DILIP K K, BHARAT A B, et al. Ultrasound assisted encapsulation of peppermint flavor in gum Arabic: Study of process parameters [J]. *Journal of Food Process Engineering*, 2019, 42(7): 1-8.
- [11] GÖBEL H, HEINZE A, HEINZE-KUHN K, et al. Peppermint oil in the acute treatment of tension-type headache [J]. *Schmerz*, 2016, 30(3): 295-310.
- [12] ALDOGHACHI F E H, NOOR A-M U M, SHARI F H. Antioxidant activity of rosmarinic acid extracted and purified from *mentha piperita* [J]. *Archives of Razi Institute*, 2021, 76(5): 1 279-1 287.
- [13] 陈晓思, 梁洁, 林婧, 等. 薄荷的化学成分、药理作用和质量标志物预测研究概况 [J]. *中华中医药学刊*, 2021, 39(3): 213-217.
- CHEN X S, LIANG J, LIN J, et al. Research progress on chemical composition and pharmacological effects of bohe (*Mentha haplocalycis herba*) and predictive analysis on q-marker [J]. *Chinese Archives of Traditional Chinese Medicine*, 2021, 39(3): 213-217.
- [14] ÇAKAR U, GROZHANIC N, PETROVIC A, et al. Fruit wines inhibitory activity against α -glucosidase [J]. *Current Pharmaceutical Biotechnology*, 2017, 18(15): 1 264-1 272.
- [15] 赵驰, 朱永清, 董玲, 等. 李子果酒主发酵过程中理化指标及挥发性成分变化分析 [J]. *中国酿造*, 2019, 38(9): 65-68.
- ZHAO C, ZHU Y Q, DONG L, et al. Analysis of physicochemical indicators and volatile components changes during main fermentation process of plum fruit wine [J]. *China Brewing*, 2019, 38(9): 65-68.
- [16] 胡云峰, 庞权, 阎瑞香, 等. 布朗李果酒发酵工艺研究 [J]. *包装工程*, 2019, 40(9): 43-47.
- HU Y F, PANG Q, YAN R X, et al. Fermentation technology of wine made from black plum [J]. *Packaging Engineering*, 2019, 40(9): 43-47.
- [17] 曾顺德, 商桑, 高伦江, 等. 青脆李果酒发酵及澄清工艺研究 [J]. *食品研究与开发*, 2020, 41(1): 134-138.
- CAO S D, SHANG S, GAO L J, et al. Effect of fermentation and clarification on *prunus americana* wine [J]. *Food Research and Development*, 2020, 41(1): 134-138.
- [18] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 葡萄酒、果酒通用分析方法: GB/T 15038—2006[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.
- Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine, Standardization Administration of the People's Republic of China. Analytical methods of wine and fruit wine: GB/T 15038—2006[S]. Beijing: China Standard Press, 2006.
- [19] 中华人民共和国国家卫生健康委员会, 国家市场监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中总酸的测定: GB 12456—2021[S]. 北京: 中国标准出版社, 2021.
- National Health Commission of the People's Republic of China, State Administration for Market Regulation. State criteria for food safety: Determination of total acid in foods: GB 12456—2021[S]. Beijing: China Standard Press, 2021.
- [20] GENG P, ZHANG L, SHI G Y. Omics analysis of acetic acid tolerance in *Saccharomyces cerevisiae* [J]. *World Journal of Microbiology & Biotechnology*, 2017, 33(5): 94-98.
- [21] 陈桂飞, 刘艳秋. 猕猴桃苹果梨复合果酒发酵特性的研究 [J]. *中国酿造*, 2020, 39(3): 198-201.
- CHEN G F, LIU Y Q. Fermentation characteristics of actinidia chinensis and pyrus ussuriensis compound wine [J]. *China Brewing*, 2020, 39(3): 198-201.
- [22] 卜坚珍, 于立梅, 曾晓芳, 等. 榴莲果酒发酵工艺优化及其香气成分分析 [J]. *食品与机械*, 2017, 33(9): 182-185, 212.
- BU J Z, YU L M, ZENG X F, et al. The process optimization and its aroma ingredients of durian wine [J]. *Food & Machinery*, 2017, 33(9): 182-185, 212.
- [23] 康宪, 李良红, 林捷. 传统桂林甜酒曲中酵母分离鉴定及发酵性能研究 [J]. *食品工业*, 2017, 38(1): 126-129.
- KANG X, LI L H, LIN J. Isolation, identification and research of fermentation characteristics of yeast from traditional guilin rice wine koji [J]. *The Food Industry*, 2017, 38(1): 126-129.
- [24] 中华人民共和国工业和信息化部. 果酒通用技术要求: QB/T 5476—2020[S]. 北京: 中国轻工业出版社, 2020.
- Ministry of Industry and Information Technology. General technical requirements for fruit wines: QB/T 5476—2020 [S]. Beijing: China Light Industry Press, 2020.
- [25] 中华人民共和国农业行业标准. 绿色食品果酒: NY/T 1508—2017[S]. 北京: 中华人民共和国农业部, 2017.
- Agricultural Industry Standard of the People's Republic of China. Green food-fruit wine: NY/T 1508—2017[S]. Beijing: Ministry of Agriculture of the PRC, 2017.
- [26] 宋生建, 王小标, 钟凯强, 等. 雪菊酒酿造工艺优化及香气成分分析 [J]. *食品工业*, 2018, 39(1): 8-13.
- SONG S J, WANG X B, ZHONG K Q, et al. Optimization of fermentation process for *coreopsis tinctoria* nutt wine and analysis of aroma components [J]. *The Food Industry*, 2018, 39(1): 8-13.
- [27] 杨芳, 刘铁, 刘燕, 等. 发酵型桑葚果酒主要成分动态变化规律及香气成分分析 [J]. *食品与机械*, 2018, 34(6): 15-20.
- YANG F, LIU T, LIU Y, et al. Analysis of chemical ingredients changes and aroma compounds in brewing process of mulberry wine [J]. *Food & Machinery*, 2018, 34(6): 15-20.