

重蒸馏后基酒的超声波催陈效果

Study on the effect of ultrasonic aging of crude Baijiu after second distillation

张滢滢¹ 陈雪鹏^{2,3,4} 余有贵^{1,2,3} 谭文君⁴

ZHANG Yingying¹ CHEN Xuepeng^{2,3,4} YU Yougui^{1,2,3} TAN Wenjun⁴

吴金兰¹ 戴 珊¹ 郑 青^{1,2,3}

WU Jinlan¹ DAI Shan¹ ZHENG Qing^{1,2,3}

(1. 邵阳学院食品与化学工程学院, 湖南 邵阳 422000; 2. 生态酿酒技术与应用湖南省高校重点实验室, 湖南 邵阳 422000; 3. 湘窖生态酿酒学院, 湖南 邵阳 422000; 4. 湖南湘窖酒业有限公司, 湖南 邵阳 422000)

(1. College of Food and Chemical Engineering, Shaoyang University, Shaoyang, Hunan 422000, China; 2. Key Laboratory of New Eco-liquor-making Technology and Application of Hunan Universities, Shaoyang, Hunan 422000, China; 3. Xiangjiao College of Ecological Liquor-making, Shaoyang, Hunan 422000, China; 4. Hunan Xiangjiao Jiuye Industry Co., Ltd., Shaoyang, Hunan 422000, China)

摘要:目的: 加快重蒸馏后基酒的人工老熟。方法: 在浓香型基酒重蒸馏除杂的基础上, 采用单因素试验设计方法, 以酒中总酸、总酯含量变化为指标, 探索超声波处理条件对重蒸馏后浓香型基酒的影响。结果: 超声波处理功率、温度和时间 3 个单因素的催陈效果中, 每个单独因素的水平之间均有不同程度的差异性存在; 在超声波频率 45 kHz 下, 较适宜的超声波处理工艺条件为功率 150 W、温度 40 ℃、时间 40 min。该条件下, 超声催陈后酒样具有提酸增酯、降杂醇油和乙醛、感官品质提升的效果。结论: 采用超声波对浓香型的重蒸馏后基酒催陈可行。

关键词: 重蒸馏; 基酒; 超声波; 催陈; 感官品质; 微量成分

Abstract: Objective: Accelerated manmade aging of base liquor after heavy distillation. Methods: A single factor experimental design method was adopted based on the study of impurity removal in second distillation of Luzhou-flavor crude Baijiu. The changes in the content of total acids and total esters in the liquor were used as indicators to preliminarily explore the effect of

ultrasonic treatment conditions on the crude Baijiu. Results: The results showed that: among the three single factors of ultrasonic treatment power, temperature and time, there were varying degrees of differences between the levels of each individual factor; At an ultrasonic frequency of 45 kHz, the most suitable ultrasonic treatment process conditions were power 150 W, temperature 40 ℃, and time 40 minutes, respectively. Under this condition, ultrasound induced aging of the Baijiu samples had the effect of increasing acid and ester content, reducing fusel oil and acetaldehyde, and improving sensory quality. Conclusion: It is feasible to accelerate aging of luzhou-flavor base liquor after heavy distillation by ultrasonic wave.

Keywords: second distillation; crude Baijiu; ultrasonic; aging; sensory quality; trace components

中国白酒的传统陈酿方法为自然老熟, 时间较长。为了缩短贮存时间, 涌现了促进白酒老熟的物理或化学方法即人工老熟技术^[1-2]。超声波处理技术为人工老熟技术的一种物理方法, 在白酒、黄酒、白兰地等传统工艺酒类中的应用研究较为广泛^[3-4], 利用超声处理所产生的空穴效应提高活化能, 使新酒处于湍流、液体循环、激波、高速剪切力和微机械冲击的机械效应与气泡中自由基形成和水蒸气分解的化学效应^[5-6], 通过加快分子间反应速度提高效率, 从而缩短常规的贮存期, 可降低生产成本。目前超声波处理技术在白酒催陈的研究中, 处理对象为发酵酒醅装甾常规蒸馏所得的基酒^[7], 而对重蒸

基金项目: 国家级大学生创新创业训练计划项目(编号: 1740903003); 湖南省与邵阳市联合基金资助项目(编号: 2022JJ50230)

作者简介: 张滢滢, 女, 邵阳学院在读本科生。

通信作者: 陈雪鹏(1995—), 男, 湖南湘窖酒业有限公司助理工程师, 硕士。E-mail: 1169830498@qq.com

余有贵(1964—), 男, 邵阳学院教授, 博士。

E-mail: yufly225@163.com

收稿日期: 2023-06-17 **改回日期:** 2023-10-26

馏后基酒的超声波催陈还没有研究报道。常规基酒的重蒸馏技术,经除杂可以改善酒质^[8-9],但重蒸馏后的各馏分需要重新组合,微量成分之间的量比、分子之间的缔合发生了改变,超声波催陈的效果如何值得探究。于是,在前期重蒸馏技术的基础上^[10],研究以浓香型的重蒸馏后基酒为对象,以总酸、总酯为考察指标^[11],探究超声波催陈的效果,为进一步优化超声波老熟工艺提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

重蒸馏后的基酒:浓香型新酒经过重蒸馏分离,去除杂醇油馏后的其余馏分重新混合而成的基酒,酒精度 63.4% vol,总酸 1.520 g/L、总酯 3.695 g/L,生态酿酒技术与应用湖南省高校重点实验室;

氢氧化钠:优级纯,天津市光复科技发展有限公司;

硫酸:优级纯,衡阳市凯信化工试剂股份有限公司;

邻苯二甲酸氢钾、无水碳酸钠基准试剂:西陇化工股份有限公司;

超声波数字控制仪:SB25-12DTN 型,宁波新芝生物科技股份有限公司;

电热恒温水浴锅:HH-S4 型,北京科伟永兴仪器有限公司;

分析天平:AL204 型,梅特勒—托利多仪器(上海)有限公司。

1.2 试验设计

采用单因素试验设计,在超声波频率 45 kHz 的条件下,研究超声波处理技术对重蒸馏后基酒的催陈效果。

1.2.1 超声波处理时间对重蒸馏后基酒催陈效果的影响

在超声波处理功率 180 W、温度 40 °C、酒样体积 300 mL 不变的条件下,超声波处理时间分别为 20、30、40、50、60 min 时,探究重蒸馏后基酒中总酸、总酯的变化情况。

1.2.2 超声波处理温度对重蒸馏后基酒催陈效果的影响

在超声处理时间 40 min、超声功率 180 W、酒样体积 300 mL 不变的条件下,超声处理温度分别为 20、30、40、50、60 °C 时,探究重蒸馏后基酒中总酸、总酯的变化情况。

1.2.3 超声波处理功率对重蒸馏后基酒催陈效果的影响

在超声波处理温度 40 °C、时间 40 min、酒样体积 300 mL 不变的条件下,超声波处理功率分别为 120、150、180、210、240 W 时,探究重蒸馏后基酒中总酸、总酯的变化情况。

1.2.4 超声波处理前后基酒品质的比较 在超声波处理功率 150 W、温度 40 °C、时间 40 min 下对重蒸馏后基酒的催陈,探究重蒸馏后基酒微量成分和感官品质的变化情况。

1.3 检测方法

1.3.1 总酸和总酯 参照 GB/T 10345—2007 的标准进行测定,其中酒样总酸以乙酸换算含量总计、总酯以乙酸

乙酯换算含量总计。

1.3.2 微量成分 采用气相色谱内标法,对待测酒样进行主要微量成分检测^[12]。

1.3.3 感官品评 参照 GB/T 12315—2008。

1.4 数据处理

所有试验均重复 3 次,取平均值±标准差,利用 SPSS 工具软件分析及作图^[12]。

2 结果与讨论

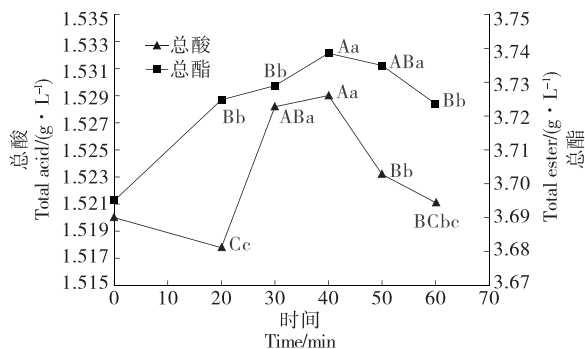
2.1 超声波处理时间对重蒸馏后基酒催陈效果的影响

由图 1 可知:随着超声时间增加,重蒸馏后基酒总酸含量呈先下降后升高之后再下降的趋势,而重蒸馏后基酒总酯呈先升高后下降状态;超声处理 40 min 时酒样中总酸、总酯含量达到最大值,与对照组基酒总酸(1.520 g/L)、总酯(3.695 g/L)相比,总酸、总酯含量分别增加了 0.009,0.043 g/L。综合分析,超声催陈的较适宜时间为 40 min 左右。

宋丽丽等^[9]采用超声波频率为 20~25 kHz、温度为 29 °C 对宋河酒进行 10~45 min 处理,经超声波处理的宋河酒中的总酸含量随超声处理时间延长基本呈缓慢下降的趋势;经超声处理 10 min 样品,总酯含量有小幅增加(增加 0.91%),但随着超声处理时间的延长,总酯含量出现下降。曹新志等^[12]在超声波频率为 20 kHz、温度为 23 °C 的条件下,研究超声时间对常规蒸馏的浓香型新酒的影响时,发现随着处理时间增加(从 10 min 到 120 min),总酸含量则是先略增后降再增加(90 min 达到高峰),而总酯含量呈升降交替的变化趋势(30 min 达到高峰)。上述两位学者的研究中,超声波处理酒样后总酸、总酯的变化规律与试验结果略有差异,主要原因可能是三者超声辅助处理的频率、温度和酒样方面存在不同。

2.2 超声波处理温度对重蒸馏后基酒催陈效果的影响

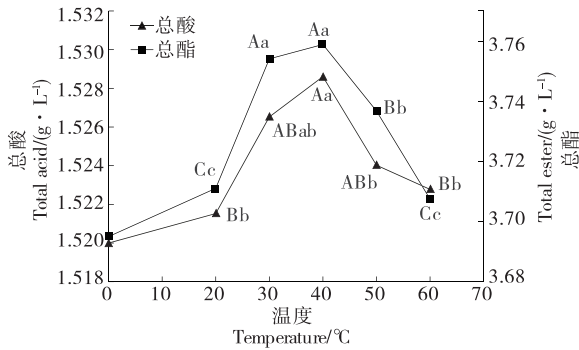
由图 2 可知:随着超声温度的增加,重蒸馏后基酒总



小写字母不同表示不同时间处理之间的总酸或总酯差异显著 ($P < 0.05$);大写字母不同表示不同时间处理之间的总酸或总酯差异极显著 ($P < 0.01$)

图 1 超声波处理时间对催陈效果的影响

Figure 1 Effects of ultrasonic time on aging



小写字母不同表示不同温度处理之间的总酸或总酯差异显著 ($P < 0.05$); 大写字母不同表示不同温度处理之间的总酸或总酯差异极显著 ($P < 0.01$)

图2 超声波处理温度对催陈效果的影响

Figure 2 Effects of ultrasonic temperature on aging

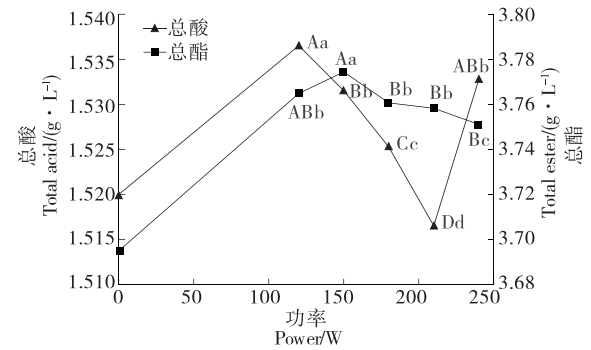
酸、总酯含量均呈先上升后下降的趋势; 超声波处理 40 °C 的酒样中总酸、总酯含量达到最大值, 与对照组基酒总酸(1.520 g/L)、总酯(3.695 g/L)相比, 总酸、总酯含量分别增加了 0.009, 0.064 g/L。在适当的温度下, 超声波使酒样中酸酯含量发生变化, 加快了重蒸馏后基酒的老熟过程, 利于重蒸馏基酒的陈化。综合分析, 超声催陈的较适宜温度条件为 40 °C 左右。

2.3 超声波处理功率对重蒸馏后基酒催陈效果的影响

由图 3 可知: 随着超声功率增加, 重蒸馏后基酒总酸含量呈先上升后下降之后再上升的趋势, 而总酯含量呈先上升后缓慢下降状态; 总酸、总酯含量分别在超声功率 120, 150 W 时达到最大值, 与对照组基酒总酸(1.520 g/L)、总酯(3.695 g/L)相比, 总酸、总酯含量分别增加了 0.012, 0.079 g/L。在适当的超声功率条件下, 超声波的物理效应对重蒸馏后基酒的酸酯含量具有不同程度的影响, 能够加快促进酒样酸酯的增加, 缩短基酒向质量稳定的基础酒转化进程, 从而大大加速了重蒸馏后基酒的陈化。综合分析, 超声波催陈的较适宜功率条件为 150 W 左右。

2.4 超声波处理前后酒质的变化

2.4.1 感官品质 由表 1 可知: 浓香型基酒、重蒸馏后基酒与超声催陈重蒸馏后基酒的感官品质依次变好, 浓香型基酒在先经过重蒸馏处理后, 有效降低了酒液中杂醇



小写字母不同表示不同功率处理之间的总酸或总酯差异显著 ($P < 0.05$); 大写字母不同表示不同功率处理之间的总酸或总酯差异极显著 ($P < 0.01$)

图3 超声波处理功率对催陈效果的影响

Figure 3 Effects of ultrasonic power on aging

油等刺激性成分的含量, 酒质变得柔和些; 超声催陈重蒸馏后基酒, 超声波处理能够促进酒中成分的物理变化、化学变化和物理化学变化^[1-2], 从而在感官品质上能得到明显的改善或提高。

2.4.2 微量成分 由表 2 可知: 超声波处理后酒样的杂醇油、甲醇、乙醛等刺激性与不利于健康的成分含量均有所降低, 提升了酒质的安全性, 促进了口味的柔和性; 己酸乙酯、乳酸乙酯、乙酸乙酯、丁酸乙酯、戊酸乙酯等酯类成分均有不同程度的提升, 说明超声处理能促进醇和酸的酯化作用, 增加基酒的香味; 己酸乙酯、乳酸乙酯、乙酸乙酯、丁酸乙酯为白酒的四大酯类成分, 其量比决定了白酒香型特征。乙酸、丙酸、异丁酸、正丁酸、异戊酸、正己酸等酸类成分含量均有不同程度的增加, 有利于改善基酒的协调性。超声波在重蒸馏后基酒的催陈过程中提供了能量, 增加了重蒸馏后基酒中各物质分子的动能, 促进了各微量成分的分子之间有效碰撞率^[7,15], 加速了物理变化与化学反应, 有利于重蒸馏后基酒中挥发性刺激成分的挥发、酸酯含量的提升, 从而达到了新酒的人工老熟效果。

3 结论

(1) 超声波处理功率、温度和时间 3 个单因素的催陈效果中, 每个单独因素的水平之间存在不同程度的差异

表 1 超声波处理前后酒样的感官特点

Table 1 Sensory characteristics of Baijiu samples before and after ultrasonic treatment

酒样	色泽	香气	口味	风格
浓香型基酒	无色透明	具有己酸乙酯为主体复合香气, 但刺鼻明显	入口辛辣, 刺喉稍涩, 有一定的邪杂味	具有本品一般风格
重蒸馏后基酒	无色透明	具有己酸乙酯为主体复合香气, 刺鼻一般	入口平顺, 较绵甜爽净, 无明显邪杂味	具有本品较好风格
超声催陈重蒸馏后基酒	无色透明	具有己酸乙酯为主体复合香气, 协调与陈香	绵甜爽净, 口感醇和协调, 余味悠长	具有本品良好风格

表 2 超声波处理前后酒样的微量成分含量变化[†]

Table 2 Changes in trace component content of Baijiu samples before and after ultrasonic treatment

微量成分 名称	重蒸馏后基酒/ (g · L ⁻¹)	超声催陈重蒸馏后基酒/ (g · L ⁻¹)	微量成分 名称	重蒸馏后基酒/ (g · L ⁻¹)	超声催陈重蒸馏后基酒/ (g · L ⁻¹)
杂醇油	0.820±0.012	0.740±0.091	戊酸乙酯	0.043±0.013	0.044±0.003
甲醇	0.220±0.059	0.180±0.018	乙酸	1.019±0.150	1.289±0.054
乙醛	0.073±0.016	0.061±0.006	丙酸	0.018±0.010	0.023±0.000
己酸乙酯	1.730±0.036	1.770±0.086	异丁酸	0.032±0.008	0.038±0.016
乳酸乙酯	1.290±0.044	1.320±0.100	正丁酸	0.094±0.015	0.107±0.003
乙酸乙酯	1.160±0.020	1.230±0.012	异戊酸	0.100±0.116	0.108±0.001
丁酸乙酯	0.088±0.039	0.092±0.007	正己酸	0.315±0.004	0.330±0.021

† 所有数据均在同一酒精度下换算求得。

性;在超声波频率 45 kHz 下,较适宜的超声波处理工艺条件为功率 150 W、温度 40 ℃、时间 40 min。

(2) 在试验优化的超声波处理工艺条件下,超声波处理后酒样的杂醇油、甲醇、乙醛等刺激性与不利于健康的成分含量均有所降低,己酸乙酯、乳酸乙酯、乙酸乙酯、丁酸乙酯、戊酸乙酯等酯类成分均有不同程度的提升,乙酸、丙酸、异丁酸、正丁酸、异戊酸、正己酸等酸类成分含量均有不同程度的增加,能有效改善和提高处理后酒样的感官品质。

超声波对浓香型的重蒸馏后基酒的催陈是可行的,但重蒸馏后基酒的超声波处理工艺优化、超声波处理前后挥发性物质种类的变化和酒质的稳定性等方面有待深入探究。

参考文献

[1] ZHENG Q, WANG Z H, XIONG A Y, et al. Elucidating oxidation-based flavour formation mechanism in the aging process of Chinese distilled spirits by electrochemistry and UPLC-Q-Orbitrap-MS/MS [J]. Food Chem, 2021, 355: 129596.

[2] WANG Z H, XIONG A Y, YU Y G, et al. Electrochemical esterification in distilled liquor via gold catalysis and its application for enhancing ester aroma of low-alcohol liquor [J]. Current Research in Food Science, 2022, 5: 1 769-1 776.

[3] 侯福荣. 超声波辅助陈酿黄酒技术研究[D]. 镇江: 江苏大学, 2017: 7-23.

HOU F R. Study on ultrasonic-assisted aging of Chinese rice wine [D]. Zhenjiang: Jiangsu University, 2017: 7-23.

[4] 谢亚琼. 葡萄蒸馏酒蒸馏及催陈工艺研究[D]. 银川: 宁夏大学, 2022: 38-49.

XIE Y Q. Study on the distillation and aging of grape spirits[D]. Yinchuan: Ningxia University, 2022: 38-49.

[5] 王治同, 胥廷良, 南海龙, 等. 超高压—微波联用催陈山葡萄白兰地的研究[J]. 食品工业, 2017, 38(6): 140-144.

WANG Z T, XU T L, NAN H L, et al. The study of accelerating aging vitis amurensis Brandy by ultra-high pressure and microwave [J]. Food Industry, 2017, 38(6): 140-144.

[6] SUSLICK K S. The chemical effects of ultrasound[J]. Scientific American, 1989(2): 80-86.

[7] 宋丽丽, 刘凤珠, 董振栋, 等. 超声波处理对宋河酒的风味影响[J]. 食品科技, 2016, 41(7): 55-58.

SONG L L, LIU F Z, DONG Z D, et al. Effect of ultrasonic treatment on the quality of Songhe liquor [J]. Food Science and Technology, 2016, 41(7): 55-58.

[8] 陈雪鹏, 余有贵, 熊翔, 等. 固态法新酒重蒸馏分离杂醇油的工艺研究[J]. 酿酒科技, 2020(4): 22-26.

CHEN X P, YU Y G, XIONG X, et al. Separating fusel oil from newly-produced liquor by redistillation [J]. Liquor Making Sciene and Technology, 2020(4): 22-26.

[9] 吴晨岑, 范文来, 徐岩. 不同二次蒸馏方式对浓香型白酒品质影响的研究[J]. 食品与发酵工业, 2015, 41(3): 14-19.

WU C C, FAN W L, XU Y. The influence of different types of double distillation on the quality of Chinese strong aroma type liquor [J]. Food and Fermentation Industries, 2015, 41(3): 14-19.

[10] 陈雪鹏, 戴姗, 余有贵, 等. 响应面法优化浓香型基酒重蒸馏工艺的研究[J]. 食品工业科技, 2022, 43(7): 233-238.

CHEN X P, DAI S, YU Y G, et al. Optimization of second distillation process of Nongxiang cude Baijiu by responsesurface methodology [J]. Science and Technology of Food Industry, 2022, 43(7): 233-238.

[11] 李冰川, 张强, 王开国, 等. 浓香型白酒贮存过程中的酸酯动态平衡研究[J]. 酿酒科技, 2018(12): 92-96.

LI B C, ZHANG Q, WANG K G, et al. Dynamic balance of acids and esters during the storage period of Nongxiang Baijiu [J]. Liquor Making Sciene and Technology, 2018(12): 92-96.

[12] 曹新志, 熊俐, 明红梅, 等. 超声波对浓香型白酒陈化效果影响的初步研究[J]. 食品与发酵科技, 2010, 46(1): 8-10.

CAO X Z, XIONG L, MING H M, et al. Preliminary study on aging strong aromatic Chinese spirits with ultrasonic [J]. Food and Fermentation Technology, 2010, 46(1): 8-10.

[13] 李义璨, 郑霞, 姚雪东, 等. 超声预处理哈密瓜片红外干燥工艺优化[J]. 食品与机械, 2023, 39(3): 201-206, 240.

LI Y C, ZHENG X, YAO X D, et al. Optimization of the infrared drying process for ultrasonic pretreatment of Hami-melonslices [J]. Food & Machinery, 2023, 39(3): 201-206, 240.