

蒸馏设备对红枣粗蒸馏酒香气品质的影响

方 强^{1,2} 冯作山^{1,2} 白羽嘉³ 阿丽米热·依布拉音¹ 严雅慧^{1,2}

(1. 新疆农业大学食品科学与药学院,新疆 乌鲁木齐 830052; 2. 新疆果品采后科学与技术重点实验室,新疆 乌鲁木齐 830052; 3. 新疆维吾尔自治区农业科学院农产品加工研究所,新疆 乌鲁木齐 830091)

摘要:[目的]探索新的蒸馏设备,改良传统的蒸馏设备蒸馏温度过高使酒液产生焦糊味的不良影响。[方法]以实验室自制的3种低温蒸馏与壶式蒸馏设备对红枣酒进行蒸馏,利用气相色谱—质谱联用技术(GC-MS)分析粗馏红枣酒中挥发性成分。[结果]粗馏红枣酒中共鉴定出74种化合物,其中酯类44种、醇类8种、酸类5种、醛类6种、酮类4种、其他类7种;建立的OPLS-DA模型分类预测准确率为95.0%,并通过VIP>1筛选出13种差异性挥发性成分;采用ROAV值分析出9种关键香气成分($1 \leq ROAV \leq 100$),反映不同粗蒸馏酒之间香气物质存在一定差异。[结论]从物质含量上看,低温蒸馏设备粗蒸馏酒所产生的酯类、醇类物质明显多于壶式蒸馏设备;酮酸类物质的产生少于壶式蒸馏设备粗蒸馏酒;低温蒸馏与高温蒸馏的酒液从感官评价上看具有一定的差异。

关键词:红枣;蒸馏酒;蒸馏设备;低温蒸馏;香气成分

Effect of distillation equipment on the aroma quality of crude distilled jujube wines

FANG Qiang^{1,2} FENG Zuoshan^{1,2} BAI Yujia³ ALIMIRE Yibulayin¹ YAN Yahui^{1,2}

(1. College of Food Science and Pharmacy, Xinjiang Agricultural University, Urumqi, Xinjiang 830052, China; 2. Xinjiang Key Laboratory of Fruit Post-Recovery Science and Technology, Urumqi, Xinjiang 830052, China; 3. Agriculture Product and Processing Research Institute, Xinjiang Academy of Agricultural Sciences, Urumqi, Xinjiang 830091, China)

Abstract: [Objective] To explore novel distillation equipment and address the adverse effect of burnt tastes in the wines caused by excessively high distillation temperatures of traditional equipment. [Methods] Three types of low-temperature distillation equipment, self-developed in the laboratory, along with pot distillation equipment, are used to distill jujube wines. The volatile components in the crude distilled jujube wines are analyzed using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). [Results] A total of 74 compounds are identified in the crude distilled jujube wines, including 44 esters, 8 alcohols, 5 acids, 6 aldehydes, 4 ketones, and 7 other compounds. An orthogonal partial least squares discriminant analysis (OPLS-DA) model is established with a classification prediction accuracy of 95.0% to screen 13 differential volatile components of variable importance in projection (VIP)>1. Based on the relative odor activity value (ROAV) analysis, 9 key aroma compounds ($1 \leq ROAV \leq 100$) are identified, reflecting certain differences in aroma substances among the different crude distilled wines. [Conclusion] In substance content, the crude distilled wines from the low-temperature distillation equipment contain significantly more esters and alcohols than those from the pot distillation equipment, while producing lower ketones and acids. Sensory evaluation reveals certain differences between the wines obtained from low-temperature and high-temperature distillation processes.

Keywords: jujube; distilled wine; distillation equipment; low-temperature distillation; aroma component

基金项目:自治区天山英才科技创新团队项目(编号:2023TSYCTD0005);新疆自治区高校基本科研业务费科研项目(编号:XJEDU2024P037)

通信作者:冯作山(1963—),男,新疆农业大学教授,博士。E-mail:fengzuoshan@126.com

白羽嘉(1984—),男,新疆维吾尔自治区农业科学院副教授,博士。E-mail:saintbyj@126.com

收稿日期:2025-03-05 **改回日期:**2025-08-05

引用格式:方强,冯作山,白羽嘉,等.蒸馏设备对红枣粗蒸馏酒香气品质的影响[J].食品与机械,2025,41(11):58-67.

Citation:FANG Qiang, FENG Zuoshan, BAI Yujia, et al. Effect of distillation equipment on the aroma quality of crude distilled jujube wines[J]. Food & Machinery, 2025, 41(11): 58-67.

红枣富含多酚、黄酮等化合物,具有滋补脾胃、补血益气等保健作用^[1~2]。当前市场对红枣的需求导致大量不符合标准的产品被遗弃或仅作为动物饲料,造成资源浪费^[3]。作为一种创新的蒸馏酒产品,红枣白兰地不仅继承了白兰地的传统风味,还融入了中国传统白酒的风味特点,最终形成了一款具有独特风味的蒸馏酒^[4~6]。

蒸馏器作为蒸馏过程中的关键设备,其设计参数及所采用的材料对蒸馏效率及酒品品质具有至关重要的作用^[7]。尽管现有的蒸馏设备及方法已经相当成熟,然而传统工艺在高温蒸馏过程中,白兰地底部会产生焦糊味和杂味。低温蒸馏不仅可以保留原料中的营养成分和天然香气,也可以避免产生有害物质^[8~10]。香气与风味作为评价酒品质量的关键指标,其差异会导致酒香不同^[11]。蒸馏酒的香气构成复杂,包括高级醇、酯类、有机酸及醛类等化合物^[12]。

研究拟选取新疆和田红枣为试验材料,采用鼓泡式蒸馏设备、搅拌式蒸馏设备、喷雾式蒸馏设备与壶式蒸馏工艺进行蒸馏,利用感官评价与气相色谱—质谱联用技术检测蒸馏酒的香气物质组成,比较3种蒸馏工艺的差异,旨在为红枣蒸馏酒工艺的选择提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

和田红枣:产于新疆和田于田县;
安琪果酒酵母:安琪酵母股份有限公司;
硫酸、氢氧化钠:分析纯,国药集团化学试剂公司;
无水乙醇:色谱纯,四川西陇科学有限公司;
甲醇、3-辛醇:色谱纯,天津市鑫铂特化工有限公司;
酚酞:分析纯,厦门安永博科技有限公司;
正构烷烃:分析纯,上海安谱璀璨标准技术服务有限公司;
DVB/CAR/PDMS:30 μm,美国 SUPELCO 公司;
毛细管柱:北京北分瑞利分析仪器集团有限责任公司。

1.1.2 主要仪器设备

电子天平:YP2002型,杭州陆恒生物科技有限公司;
pH计:FE20型,杭州陆恒生物科技有限公司;
气相色谱—质谱联用仪:TRACE DSQ型,美国 Thermo 公司;
气相色谱仪:SP-3430型,北京北分瑞利分析仪器集团有限责任公司;

酒精计:DR403型,北京金科利达电子科技有限公司;

自动电位滴定仪:ZDJ-4B型,上海上器集团试验设备有限公司;

磁力搅拌器:ZNCL-GS型,上海上器集团试验设备有限公司。

1.2 方法

1.2.1 红枣果酒制作流程及操作要点 参照文献[4]。

红枣→分选→清洗→复水[1:3(g/mL),24 h]→破碎→接种酵母(接种量0.3%)→酒精发酵(27 °C发酵

6 d)→红枣原酒

1.2.2 蒸馏设备

(1) 搅拌式蒸馏设备:取50 L红枣果酒置于搅拌式蒸馏罐中[图1(a)],蒸馏罐外壁通入蒸气(100~105 °C),开启搅拌(30 r/min)。使罐内酒液温度达到70 °C,酒精蒸气在蒸馏罐顶部液化冷凝(4 °C)从出酒口流出,收集酒液并测定酒液体积。当酒液酒精度低于8%vol时停止蒸馏。

(2) 鼓泡式蒸馏设备:取50 L红枣果酒置于鼓泡式蒸馏罐中[图1(b)],蒸馏罐内盘管通入蒸气(100~105 °C),当酒液温度达到70 °C,开启鼓泡装置(气体流量45 L/min),酒精蒸气沿冷凝管(4 °C)液化形成酒液,收集酒液并测定酒液体积。当酒液酒精度低于8%vol时停止蒸馏。

(3) 喷雾式蒸馏设备:将预热的酒液(40 °C)通过雾化喷雾器沿罐壁顶部[图1(c)]喷洒[太阳能集热器使罐壁温度稳定至(70±5) °C],利用气泵回收酒精蒸气,在预热罐内的盘管冷凝(4 °C),收集酒液并测定酒液体积,当酒液酒精度低于8%vol时停止蒸馏。

(4) 壶式蒸馏设备:取50 L红枣果酒置于壶式蒸馏器[图4(d)]内进行蒸馏(100~105 °C),冷凝(4 °C)收集酒液并测定酒液体积,当酒液酒精度低于8%vol时停止蒸馏。

1.2.3 理化指标测定

(1) 甲醇、酒精度、总酯、总酸含量:参照GB/T 11856.2—2023《烈性酒质量要求 第2部分:白兰地》。

(2) pH值:取50 mL粗蒸馏酒液于干净容器中,将pH电极插入酒液中进行测定。

1.2.4 香气成分测定

(1) 萃取方法:参考文献[13]。准确称取粗蒸馏酒10 mL于20 mL顶空瓶中,加入2 g氯化钠混匀,放入转子,50 °C水浴15 min;将老化后的萃取头插入顶空瓶,吸附50 min后拔出,利用气相色谱—质谱联用技术(GC-MS)进样分析。

(2) GC条件:进样口温度240 °C,分流比5:1,载气He,柱流量1 mL/min,升温程序:40 °C保持5 min,3 °C/min升至160 °C,7 °C/min升至250 °C保持12 min。Agilent HP-5MS 19091S-433色谱柱(30 m×250 μm×0.25 μm)。

(3) MS条件:辅助加热温度250 °C,扫描范围35~550,离子源温度230 °C,四极杆温度150 °C,电子能量70 eV。

(4) 定性分析:采用NIST20检索,相似度≥80%,通过正构烷烃(C₇~C₄₀)保留指数(RI)定性分析。

(5) 定量分析:采用内标物浓度与峰面积比值作为校正系数,并利用该校正系数依次计算所有鉴定成分含量。

1.2.5 香气活力(ROAV)值计算 参照文献[14]。结合气味阈值计算ROAV值,并确定气味主要贡献物质,按式(1)、式(2)计算ROAV。

$$O_{AV,i} = \frac{A_i}{O_{T,i}}, \quad (1)$$

$$R_{AV,x} = 100 \times \frac{O_{AV,x}}{O_{AV,max}}, \quad (2)$$

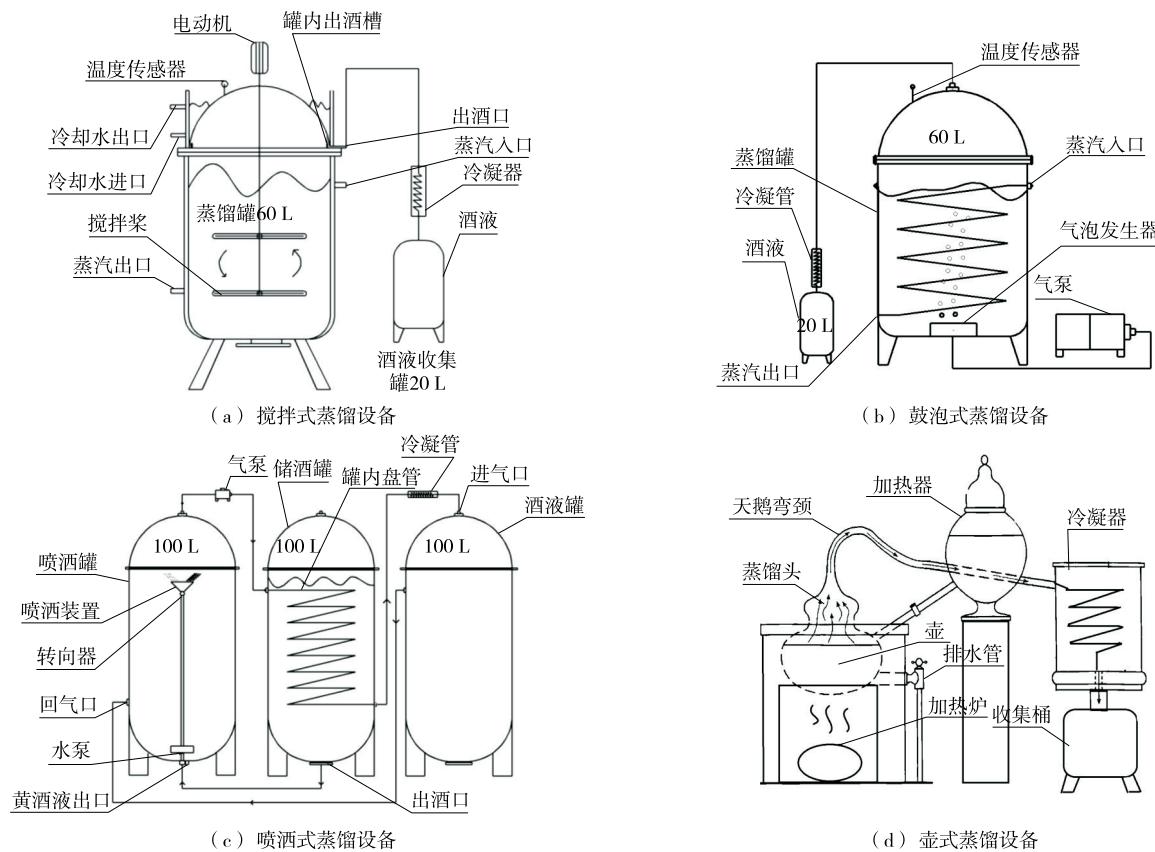


图 1 蒸馏设备原理图

Figure 1 Distillation equipment mechanism

式中：

A_i ——蒸馏酒香气物质含量, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

$O_{T,i}$ ——蒸馏酒的香气阈值, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

$O_{AV,i}, O_{AV,x}$ ——单个香气成分*i*和*x*的气味活性值, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

$O_{AV,max}$ ——所有香气成分中最大的气味活性值, $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

ROAV 越大的组分对样品总体风味的贡献越大。当挥发性物质 $ROAV \geq 1$ 时, 认为其对粗蒸馏酒的气味有直接影响, 为粗蒸馏酒主要及关键气味物质; 当挥发性物质 $0.1 \leq ROAV < 1$ 时, 认为其对粗蒸馏酒的气味具有重要的修饰作用, 可辅助和增强部分风味物质的呈味特性; 当 $ROAV < 0.1$ 时, 认为其对粗蒸馏酒的气味贡献较小。通过 MS-DIAL 软件结合 NIST 谱库及色谱保留指数(RI), 综合定性分析化合物, 并计算相对气味活度值(ROAV)分析潜在气味贡献物质。

1.2.6 感官评价 感官评定由 29 名经统一培训的专业人员组成, 红枣粗蒸馏酒香气属性包括花香、果香、清香、焦香和甜香, 采用 10 分制进行评定, 0 分表示无香气强度, 5 分表示香气强度中等, 9 分表示香气强度极强。各样品嗅闻 3 次, 时间间隔 10 min。

1.2.7 数据处理 利用 IBM SPSS Statistics 20.0 软件进行数据显著性检验, 并采用 Origin 2017 软件绘制图表, 采用 SIMCA 软件绘制 OPLS-DA 图。各试验重复 3 次取平均值。

2 结果与分析

2.1 粗蒸馏酒的理化指标

由表 1 可知, 不同蒸馏方式获得的酒液各物质含量存在一定差异。壶式蒸馏法获得的酒液酒精度、总酸以及甲醇最高, 这是由于酒液的温度达到 100 ℃可以使酒液中的各物质更好地挥发; 相较于其他蒸馏方式, 搅拌式蒸馏的温度和搅拌时酒液的挥发面积不同, 使得各物质含量较为平均; 鼓泡式蒸馏中酒液中总酯含量最高, 是由于酒液中气泡带着各物质分子向上运动对风味物质影响较大; 喷洒式蒸馏获得酒液最多, 但稀释了各物质含量, 加之其挥发面积及温度导致各物质含量均少于其他蒸馏设备的。因此, 在选择蒸馏设备时, 应根据所需的酒精度、pH 值、总酯、总酸和甲醇含量等理化指标进行综合考虑。

2.2 对红枣蒸馏酒香气成分的影响

由图 2 可知, 不同蒸馏方式的红枣粗蒸馏酒香气属性差异明显。壶式蒸馏酒液焦香较为突出, 这是由于高温蒸馏导致酒液产生焦香味物质较多; 鼓泡式蒸馏和搅拌式粗蒸馏酒中花香、清香最为明显, 这是由于低温蒸馏所产生的酯类、醇类物质含量较多; 喷洒式蒸馏由于温度较低, 保留了原果酒中的果香味较为浓郁, 因此果香味最为明显。3 种低温蒸馏设备由于温度均低于壶式蒸馏, 因此

表1 不同蒸馏设备的粗蒸馏酒的基本理化指标[†]

Table 1 Basic physicochemical properties of crude distilled wines obtained from various distillation equipment

设备	酒液体积/L	酒精度/(%vol)	pH值	总酯/(g·L ⁻¹)	总酸/(g·L ⁻¹)	甲醇/(g·L ⁻¹)
搅拌式	15.34±0.21 ^c	40.20±1.10 ^b	3.49±0.01 ^b	2.27±0.02 ^c	0.84±0.01 ^d	0.25±0.01 ^b
鼓泡式	14.62±0.19 ^b	38.60±1.14 ^c	3.10±0.02 ^d	2.41±0.01 ^a	0.94±0.01 ^b	0.24±0.00 ^c
喷洒式	17.47±0.33 ^a	33.00±0.71 ^d	4.25±0.04 ^a	1.84±0.01 ^d	0.89±0.02 ^c	0.18±0.01 ^d
壶式	12.83±0.12 ^d	44.20±0.89 ^a	3.34±0.03 ^c	2.31±0.01 ^b	0.97±0.02 ^a	0.35±0.02 ^a

† 字母不同表示差异显著($P<0.05$)。

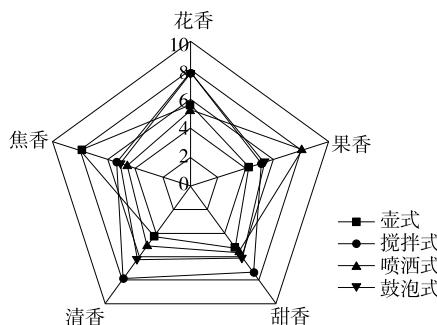


图2 感官评价雷达图

Figure 2 Radar chart of sensory evaluation

焦香味不明显。

2.3 对红枣蒸馏酒香气成分的影响

2.3.1 粗蒸馏酒总离子流图 红枣粗蒸馏酒香气成分GC-MS总离子流图见图3。

2.3.2 红枣蒸馏酒香气 挥发性化合物的含量和种类是

决定酒体风味特征的关键因素^[15~16]。由表2可知,4种红枣粗蒸馏酒中共鉴定出74种主要香气物质,包括酯类44种、醇类8种、酸类5种、醛类6种、酮类4种以及其他类7种。在不同的蒸馏器中,壶式、搅拌式、喷洒式和鼓泡式分别检出58,53,48,40种挥发性化合物。

酯类化合物对酒的风味特征影响显著^[17]。不同蒸馏器制备的粗蒸馏酒中共检出44种酯类物质。壶式、搅拌式、喷洒式、鼓泡式蒸馏设备分别检出41,34,30,26种酯类物质,总含量分别为827.13,2 784.61,2 461.31,3 715.89 μg/mL。其中,乙酸乙酯含量占比最大,作为蒸馏酒的标志性香气成分,为酒体赋予了独特的酒香和果香^[15]。乙酯类中含量最高的为乙酸乙酯(375.83~2 528.98 μg/mL)和乳酸乙酯(81.07~138.83 μg/mL)。特别是鼓泡式蒸馏,其苯甲酸乙酯含量最高,为464.29 μg/mL,为蒸馏酒增添了水果香气。

醇类化合物对蒸馏酒的香气和甜味具有重要贡献。不同蒸馏设备制备的粗蒸馏酒中共检出8种醇类化合

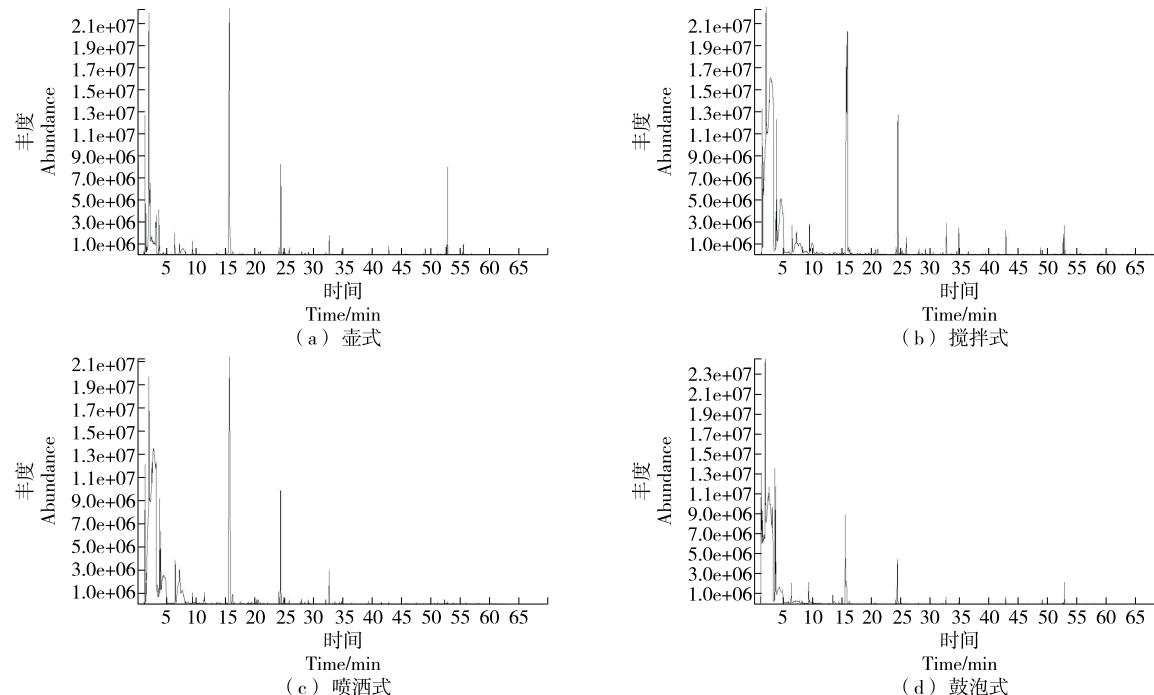


图3 红枣粗蒸馏酒香气成分GC-MS总离子流图

Figure 3 GC-MS total ion current chromatography of aroma components in crude distilled jujube wines

表 2 不同蒸馏设备的粗蒸馏酒对香气成分对比分析[†]

Table 2 Comparative analysis of aroma components in crude distilled wines from various distillation equipment

种类编号	化合物	香气特征	保留指数/ (mg·L ⁻¹)	含量/(mg·L ⁻¹)			
				壶式	搅拌式	喷洒式	鼓泡式
A1	乙酸乙酯	水果味	612	375.83±153.11 ^c	1 927.31±1 113.27 ^b	2 088.96±1 415.54 ^b	2 528.98±1 069.28 ^a
A2	乙酸甲酯	辛辣味	526	—	183.25±141.09	—	—
A3	丁酸乙酯	菠萝香、苹果香	793	1.02±0.81 ^c	5.57±5.17 ^b	0.91±0.32 ^c	29.17±16.46 ^a
A4	己酸乙酯	苹果味	1 004	—	16.13±4.09	—	—
A5	DL-2-羟基-4-甲基黑莓味 戊酸乙酯		1 058	—	1.27±0.11	—	—
A6	乳酸乙酯		806	81.07±80.43 ^d	86.96±50.00 ^a	115.36±166.92 ^a	138.83±53.77 ^a
A7	异戊酸乙酯	苹果味	847	3.29±1.87 ^b	34.64±14.56 ^a	3.94±0.88 ^b	17.45±3.15 ^{ab}
A8	乙酸异戊酯	香蕉味	872	15.53±5.61 ^c	40.82±10.49 ^b	13.06±2.90 ^c	131.29±68.95 ^a
A9	乙酸2-甲基丁酯	水果香	875	4.28±2.89 ^d	85.97±29.93 ^{ab}	9.51±6.23 ^c	104.01±76.00 ^a
A10	戊酸乙酯	苹果香、菠萝香	900	2.84±2.18 ^{bc}	7.46±2.06 ^{ab}	2.30±0.89 ^c	8.79±1.83 ^a
A11	2-糠酸乙酯	花香	1 053	0.35±0.04	—	—	—
A12	DL-2-羟基己酸乙酯		1 058	2.72±0.91 ^b	—	2.28±1.59 ^b	4.96±0.37 ^a
A13	苯甲酸甲酯	花香、樱桃香	1 091	9.84±3.01 ^b	10.64±0.47 ^a	8.34±2.56 ^{bc}	27.55±15.59 ^a
A14	庚酸乙酯	水果香	1 099	5.54±0.71 ^c	11.76±0.31 ^a	3.62±0.37 ^d	7.27±0.82 ^b
A15	反式-2-辛烯酸乙酯	水果香	1 248	—	0.98±0.08	—	—
A16	苯甲酸乙酯	水果香	1 169	164.00±33.68 ^c	220.47±10.47 ^b	150.28±34.63 ^d	464.29±239.32 ^a
A17	丁二酸二乙酯		1 183	10.87±10.66 ^a	5.03±0.34 ^b	4.45±3.94 ^b	8.59±2.65 ^{ab}
A18	7-辛烯酸乙酯		1 189	1.13±0.05 ^b	1.72±0.27 ^a	0.67±0.05 ^c	—
A19	水杨酸甲酯	薄荷香	1 191	2.22±0.50 ^a	0.84±0.09 ^b	0.86±0.49 ^b	2.76±0.71 ^a
A20	辛酸乙酯	水果香	1 198	11.22±1.98 ^b	19.15±2.77 ^a	6.87±1.82 ^c	9.22±0.57 ^{bc}
A21	苯乙酸乙酯	花香	1 244	5.10±0.84 ^b	6.12±0.54 ^{ab}	4.62±2.07 ^b	10.64±3.44 ^a
A22	乙酸苯乙酯	蜂蜜味	1 256	2.75±0.52 ^{ab}	2.00±0.30 ^{ab}	1.55±0.91 ^b	3.90±1.28 ^a
A23	水杨酸乙酯	薄荷香	1 268	4.68±1.47 ^{ab}	5.88±1.02 ^a	3.89±1.52 ^b	4.28±1.48 ^{ab}
A24	苯丙酸甲酯	花香	1 274	1.13±0.31 ^{ab}	0.93±0.22 ^b	0.87±0.48 ^a	1.76±0.71 ^a
A25	壬酸乙酯	油脂味	1 297	0.85±0.20 ^b	2.11±0.48 ^a	0.66±0.19 ^c	—
A26	苯丙酸乙酯	玫瑰香	1 348	27.86±5.09 ^{bc}	30.35±3.13 ^b	24.83±12.64 ^c	44.08±18.95 ^a
A27	γ-壬内酯	甜味	1 361	1.59±0.42 ^a	0.64±0.12 ^b	0.67±0.50 ^b	—
A28	反式肉桂酸乙酯	蜂蜜味	1 376	0.87±0.18	—	—	—
A29	乙基-9-癸烯酸酯		1 388	—	3.23±0.39	—	—
A30	癸酸乙酯	水果味	1 396	6.70±1.59 ^b	22.56±5.48 ^a	4.40±0.85 ^b	8.73±1.95 ^b
A31	苯甲酸异戊酯	水果味	1 435	0.94±0.15 ^c	3.02±0.65 ^a	1.27±0.36 ^b	—
A32	十一酸乙酯	椰子味	1 496	—	0.97±0.33	—	—
A33	月桂酸乙酯	花香	1 525	9.73±3.55 ^{bc}	18.25±6.39 ^b	1.91±0.60 ^c	39.10±9.76 ^a
A34	十四酸乙酯	椰子味	1 795	4.66±2.64 ^b	2.20±1.11 ^b	—	18.87±4.44 ^a
A35	邻苯二甲酸二异丁酯		1 964	0.51±0.04	—	0.55±0.52	—
A36	十六酸甲酯		1 927	0.84±0.58 ^b	—	—	1.20±0.25 ^a
A37	邻苯二甲酸二丁酯		1 964	1.81±0.39	—	1.92±1.63	—
A38	9-十六碳烯酸乙酯		1 984	6.89±3.53 ^b	9.09±5.65 ^a	0.70±0.57 ^c	8.26±1.76 ^{ab}
A39	棕榈酸乙酯	奶油味	1 994	47.62±32.26 ^b	12.33±6.70 ^c	1.32±0.89 ^d	86.49±23.42 ^a
A40	十八碳二烯-[9, 12]-酸乙酯		2 163	0.41±0.16	—	—	—
A41	油酸乙酯	脂肪味	2 169	1.55±1.10	—	—	—

续表2

种类编号	化合物	香气特征	保留指数/ (mg·L ⁻¹)	含量/(mg·L ⁻¹)			
				壶式	搅拌式	喷洒式	鼓泡式
酯类 A42	反油酸乙酯	花香、油脂香	2 173	7.08±4.45	—	—	—
A43	18-十九烯酸乙酯		2 283	1.82±1.14	—	—	—
A44	E-11-十六碳烯酸乙酯		1 974	—	4.96±3.45 ^a	0.75±0.64 ^b	5.42±0.89 ^a
	小计			827.13	2 784.61	2 461.31	3 715.89
醇类 B1	乙缩醛二乙醇	泥土味	713	—	39.46±16.60 ^b	—	496.80±195.79 ^a
B2	2-甲基-1-丁醇	酒精味	720	—	64.68±12.87 ^b	21.17±4.05 ^b	216.16±92.41 ^a
B3	1-戊醇	青草味	744	—	672.88±158.98 ^a	229.41±190.66 ^b	—
B4	3-甲基-1-丁醇	发酵味、果味	717	54.45±2.07 ^b	166.45±36.75 ^b	85.26±22.43 ^b	507.51±161.71 ^a
B5	苯甲醇		1 031	6.71±3.36 ^a	3.08±0.31 ^b	3.44±3.07 ^b	4.50±3.56 ^{ab}
B6	乳酸异戊醇	奶油味、坚果香	1 068	1.48±1.53 ^b	3.00±2.10 ^a	2.91±2.90 ^a	—
B7	β-苯乙醇	玫瑰香	1 109	2.29±0.74 ^a	0.97±0.07 ^b	—	—
	小计			64.47	950.52	342.18	1 224.97
醛类 C1	乙醛	辛辣味	401	0.77±0.47 ^b	2.01±0.74 ^b	0.62±0.27 ^b	41.93±38.42 ^a
C2	苯甲醛	杏仁味	963	—	9.73±2.34 ^b	7.85±2.65 ^b	164.21±95.64 ^a
C3	糠醛	甜玉米味	824	81.99±39.79 ^b	154.85±15.36 ^a	77.30±12.94 ^b	—
C4	5-甲基糠醛	香料味	964	1.90±1.21	—	—	—
C5	苯乙醛	杏仁香、樱桃香	1 040	4.56±0.82 ^{ab}	2.53±0.46 ^b	1.74±1.30 ^b	5.45±3.38 ^a
C6	反式-2-壬烯醛	柑橘香	1 195	0.65±0.18	—	—	—
	小计			89.87	169.12	87.51	211.58
酸类 D1	乙酸	酸味	610	653.04±594.45	—	—	—
D2	辛酸	水果香	1 178	—	5.30±1.05 ^a	7.71±6.59 ^a	—
D3	癸酸		1 369	4.15±2.54 ^a	1.37±0.81 ^b	2.84±2.91 ^b	—
D4	庚酸	脂肪香	1 081	4.88±1.86 ^a	1.85±0.33 ^{ab}	2.82±2.89 ^{ab}	—
D5	月桂酸	脂肪味	1 564	—	—	1.60±1.73	—
	小计			662.07	8.52	14.97	0.00
酮类 E1	丙酮	辛辣味	713	126.48±19.56	—	—	—
E2	3-乙酰基-2-丁酮	奶油香	893	1.15±0.39 ^b	—	—	5.70±0.32 ^a
E3	3-辛酮	水果香	985	4.79±0.16 ^b	7.36±4.52 ^{ab}	6.68±0.37 ^{ab}	11.80±1.49 ^a
E4	大马士酮	苹果香、玫瑰香	1 383	0.92±0.04 ^a	—	0.46±0.20 ^b	—
	小计			133.34	7.36	7.14	17.50
其他 F1	1,3-二氧戊环,2,4,5-三甲基		706	—	—	—	62.65±3.70
F2	甲氧基苯基肪		916	—	8.74±2.76 ^{ab}	11.04±10.86 ^{ab}	19.97±7.07 ^a
F3	1-(1-乙氧基乙氧基)戊烷		985	—	1.94±0.51	—	—
F4	1,1-二乙氧基-3-甲基丁烷	水果香	855	2.66±1.33	—	—	—
F5	茶香螺烷	木质香	1 295	—	—	—	5.61±0.40
F6	2,2-二乙氧基乙基	甜味、柠檬味	1 325	1.55±0.35 ^b	1.39±0.11 ^b	0.59±0.12 ^{bc}	3.48±1.25 ^a
F7	1,6-二甲基-4-(1-甲基乙基)萘		1 675	1.34±0.39	—	—	—
	小计			5.54	12.07	11.62	91.71

† —表示未检出;字母不同代表蒸馏酒样品中香气成分具有显著性差异($P<0.05$)。

物^[18]。其中壶式、搅拌式、喷洒式、鼓泡式蒸馏设备分别检出 5, 8, 6, 5 种醇类物质, 总含量分别为 64.47, 950.52, 342.18, 1 224.97 μg/mL。其中, 3-甲基-1-丁醇因其发酵味和果味而显著, 其含量最高且差异较大, 分别为 54.45, 166.45, 85.26, 507.51 μg/mL。乳酸异戊醇 (1.48~3.00 μg/mL) 可为蒸馏酒带来奶油味和坚果香, 而 β-苯乙醇 (0.97~2.29 μg/mL) 则赋予蒸馏酒玫瑰香气^[16]。

酮酸类化合物在酯类和醇类香气中扮演着缓冲和平衡的角色, 有助于增强香气并降低刺激性。不同蒸馏设备制备的粗蒸馏酒中共检出 11 种酮酸类物质。其中, 壶式、搅拌式、喷洒式和鼓泡式蒸馏设备分别检出 7, 4, 5, 2 种酮酸类物质, 含量分别为 795.41, 15.88, 22.11, 17.50 μg/mL, 共有成分为 3-辛酮, 含量分别为 4.79, 7.36, 6.68, 11.80 μg/mL, 为蒸馏酒增添了水果香气。壶式蒸馏产生的酮酸类物质种类最多, 且乙酸含量最高, 为蒸馏酒带来了酸味和干酪味^[16]。

醛类和其他物质在蒸馏酒中扮演着至关重要的角色, 它们不仅是香气协调的关键成分, 也是构成其独特风味的重要组成部分, 对酒的口感和品质有显著影响^[19]。不同蒸馏设备制备的粗蒸馏酒中共检出 6 种醛类物质和 7 种其他类物质。其中, 壶式、搅拌式、喷洒式和鼓泡式蒸

馏设备分别检出 5, 4, 4, 3 种醛类物质。5-甲基糠醛为壶蒸馏过程中特有的香气物质, 为蒸馏酒增添了香料般的风味。而乙醛和苯乙醛为 4 种蒸馏方式共有的香气物质, 赋予了蒸馏酒以杏仁香、樱桃香和辛辣味。不同蒸馏设备制备的粗蒸馏酒中分别检出 3, 3, 2, 3 种其他类物质。茶香螺烷为鼓泡式蒸馏过程中特有的化合物, 为蒸馏酒增添了木质香气。2, 2-二乙氧基乙基为 4 种蒸馏酒共用化合物, 赋予了蒸馏酒甜味和柠檬味。

2.3.3 香气成分 ROAV 分析 ROAV 值是衡量挥发性成分对样品风味贡献的关键指标, ROAV 值越高, 成分对风味的影响越显著^[20~21]。4 种粗蒸馏酒中共鉴定出 74 种挥发性成分, 从中精选出 20 种化合物, 其中 9 种化合物被确定为关键香气成分(见表 3), 其 ROAV 值为 1~100, 对粗蒸馏酒的整体风味有显著影响。此外, 11 种化合物的 ROAV 值为 0.1~1.0, 对风味的贡献相对较小, 但仍在一定程度上影响着蒸馏酒的风味特征。

搅拌式蒸馏设备制备的粗蒸馏酒中关键香气物质种类最多, 为 17 种; 壶式、喷洒式、鼓泡式蒸馏设备制备的粗蒸馏酒中分别为 15, 16, 14 种。壶式蒸馏设备高温会产生有毒有害物质, 如丙酮, 酯类、醇类相较于低温表现不突出; 搅拌式蒸馏设备在工作时酒液挥发面积较大, 产生数

表 3 不同蒸馏设备的粗蒸馏酒香气成分的 ROAV 值

Table 3 ROAV values of aroma components in crude distilled wines from various distillation equipment

化合物	香气特征	阈值/ (μg·mL ⁻¹) ^[22~24]	ROAV			
			壶式	搅拌式	喷洒式	鼓泡式
乙酸乙酯	水果味	5	22.85	11.13	100.00	28.99
乙酸甲酯	辛辣味	2		2.64		
丁酸乙酯	菠萝香、苹果香	0.9	0.35	0.18	0.24	1.86
己酸乙酯	苹果味	2.2		0.21		
异戊酸乙酯	苹果味	0.01	100.00	100.00	94.31	100.00
乙酸异戊酯	香蕉味	0.15	31.48	7.86	20.85	50.17
乙酸 2-甲基丁酯	水果香	5	0.26	0.50	0.46	1.19
戊酸乙酯	苹果香、菠萝香	1.5	0.58	0.14	0.37	0.34
庚酸乙酯	水果香	1.9	0.89	0.18	0.46	0.22
苯甲酸乙酯	水果香	55.56	0.90	0.11	0.65	0.48
辛酸乙酯	水果香	19.3	0.18	0.03	0.09	0.03
癸酸乙酯	水果味	5	0.41	0.13	0.21	0.10
乙缩醛二乙醇	泥土味	4.9		0.23	0.00	5.81
2-甲基-1-丁醇	酒精味	15.9		0.12	0.32	0.78
1-戊醇	青草味	150.2		0.13	0.37	
3-甲基-1-丁醇	发酵味、果味	4	4.14	1.20	5.10	7.27
苯乙醛	杏仁香、樱桃香	6.3	0.22	0.01	0.07	0.05
反式-2-壬烯醛	柑橘香	0.15	1.31			
丙酮	辛辣味	14	2.75			
大马士酮	苹果香、玫瑰香	0.004	69.79		27.68	

量最多的特征香气及独特的香气物质,如乙酸甲酯、己酸乙酯;鼓泡式蒸馏设备的关键香气物质最少,可能是由于香气物质在气泡内发生反应导致关键香气成分减少。喷洒式、鼓泡式蒸馏酒中乙酸乙酯和异戊酸乙酯在所有蒸馏酒样品中的ROAV值均较高,壶式、搅拌式蒸馏酒中异戊酸乙酯的ROAV值较高。蒸馏设备由于不同的构造以及蒸馏工艺,因此所蒸馏的酒液香气物质也具有独特性。

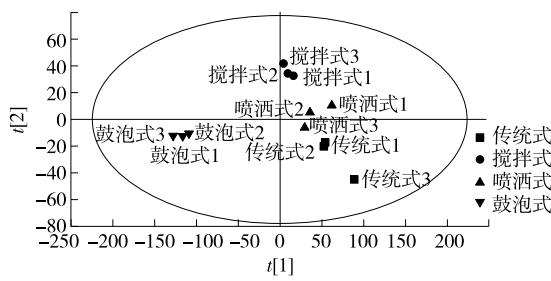
2.3.4 各成分特征与方差贡献率 构建一个包含4种蒸馏设备蒸馏酒特征香气的原始数据矩阵,并从中提取特征值及累计方差贡献率,结果见表4。由表4、图4可知,前4个主成分的特征值呈显著递减趋势,分别为27.77, 20.69, 10.88, 5.93;具有很强的代表性,能够有效反映不同蒸馏设备所产粗蒸馏酒的香气品质。通过SPSS 20软件进一步获得与这些特征香气相对应的主成分系数矩阵,并据此构建函数方程式。利用这些主成分的特征值作为权重,对各蒸馏设备的粗蒸馏酒香气的主成分 F_1 、 F_2 等进行加权计算,最终得到综合值F的函数方程式:

$$F = 0.4F_1 + 0.3F_2 + 0.2F_3 + 0.1F_4 \quad (3)$$

表4 不同蒸馏设备的粗蒸馏酒主成分方差解释

Table 4 Interpretation of variance in the main components of crude distilled wines from different distillation equipment

主成分	特征值	方差贡献率/%	累计方差贡献率/%
1	27.77	37.53	37.53
2	20.69	27.95	65.49
3	10.88	14.70	80.19
4	5.93	8.02	88.20
5	2.66	3.59	91.80
6	1.58	2.14	93.94
7	1.49	2.01	95.95
8	1.37	1.84	97.79
9	0.82	1.11	98.91
10	0.69	0.93	99.84
11	0.12	0.16	100.00



(a) OPLS-DA 分析得分图

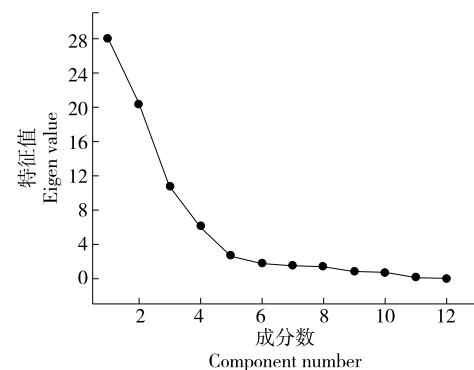


图4 不同蒸馏设备的粗蒸馏酒特征香气碎石图

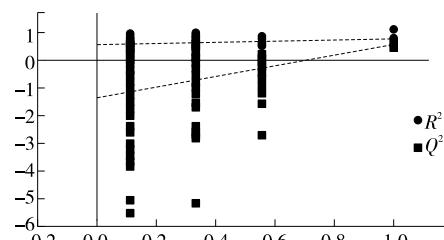
Figure 4 Characteristic aroma profile of crude distilled wines from various distillation equipment

F值越大,说明粗蒸馏酒品质越好。

2.3.5 OPLS-DA分析 采用正交偏最小二乘判别分析(OPLS-DA)对蒸馏酒样品的香气成分数数据进行模型分析,结果如图5(a)所示。该模型成功区分了不同处理组蒸馏酒的香气成分。模型的自变量拟合指数(R^2x)为0.549,因变量拟合指数(R^2y)为0.066,而模型预测指数(Q^2)高达0.950^[26-27]。表明该模型在区分不同蒸馏设备产生的粗蒸馏酒挥发性成分方面具有95.0%的预测准确率,从而证明了模型良好的拟合度和预测能力。

为了验证基于气相色谱—质谱联用数据建立的OPLS-DA模型的稳健性,进行200次响应置换检验,结果如图5(b)所示。结果表明, R^2 为0.582, Q^2 为-1.330,且 Q^2 与Y轴的截距为负值,说明模型不存在过度拟合问题。 R^2 和 Q^2 的回归线斜率均>1,进一步表明该模型在区分蒸馏酒样品香气成分时具有出色的稳定性和可靠性。

在OPLS-DA模型中,变量投影重要性(VIP)是一个关键指标^[28]。VIP值越大,表明该变量在不同处理组之间的含量差异越显著。由图6可知,VIP值>1的蒸馏酒各样品香气成分共有13种,分别为乙酸乙酯、乙酸、1-戊醇、乙酸甲酯、乙缩醛二乙醇、3-甲基-1-丁醇、丙酮、糠醛、苯甲酸乙酯、乙酸-2-甲基丁酯、2-甲基-1-丁醇、苯甲醛和棕



(b) 置换检验

图5 不同蒸馏设备制备的粗蒸馏酒的OPLS-DA分析得分图与置换检验

Figure 5 OPLS-DA analysis score diagram and permutation test of crude distilled wines from different distillation equipment

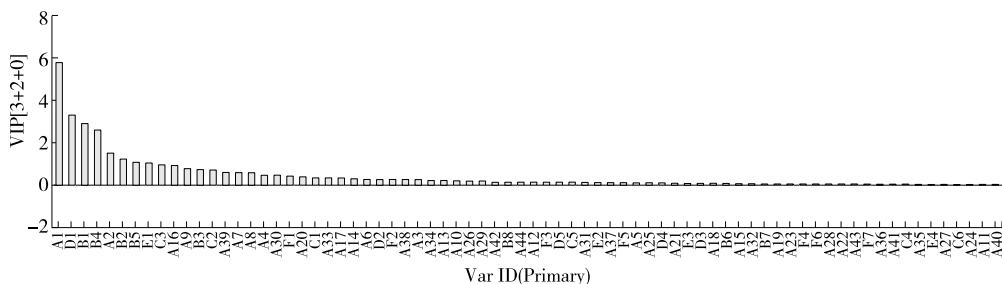


图 6 不同蒸馏设备的粗蒸馏酒香气成分 VIP 值

Figure 6 VIP value of aroma components in crude distilled wines from different distillation equipment

榈酸乙酯。

3 结论

采用 GC-MS 技术分析了不同蒸馏装置制备的红枣粗蒸馏酒样品中的挥发性成分,共鉴定出 74 种化合物。低温蒸馏的粗蒸馏酒中酯类、醇类物质含量明显高于高温蒸馏酒;酮酸类物质含量也明显少于高温蒸馏酒,可能是由于有害物挥发温度较高,导致高温蒸馏时产生的量较高。通过 OPLS-DA 模型区分了不同粗蒸馏酒的挥发性成分特征,且模型稳定性和预测 Q^2 高达 0.950;结合 ROAV 分析,搅拌式蒸馏设备制备的粗蒸馏酒中关键香气成分最多,为 17 种,反映了不同蒸馏设备在香气物质上具有差异性;从感官评价来看,高温蒸馏相较于低温焦香味显著,喷洒式蒸馏设备更能保留红枣的果香味,可能是由于喷洒式蒸馏设备加热温度均低于其他设备。未来可进一步对蒸馏器材料进行研究,并将其大规模应用于工业化生产中。

参考文献

- [1] 钱锦秀, 孟武威, 刘晖晖, 等. 经典名方中大枣的本草考证[J]. 中国实验方剂学杂志, 2022, 28(10): 296-305.
QIAN J X, MENG W W, LIU H H, et al. Herbal textual research on jujubae fructus in famous classical formulas[J]. Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae, 2022, 28(10): 296-305.
- [2] 张云亮, 范洪臣, 窦博鑫, 等. 红枣相关产品的研究进展[J]. 保鲜与加工, 2021, 21(4): 146-150.
ZHANG Y L, FAN H C, DOU B X, et al. Research progress of red jujube related products[J]. Storage and Process, 2021, 21(4): 146-150.
- [3] YUAN L, LI G F, YAN N, et al. Optimization of fermentation conditions for fermented green jujube wine and its quality analysis during winemaking[J]. Journal of Food Science and Technology, 2022, 59(1): 288-299.
- [4] 彭昕, 李桂林, 艾赛提·阿合旦, 等. 模糊数学感官评定结合响应面法优化红枣白兰地发酵工艺[J]. 中国酿造, 2022, 41(4): 185-191.
PENG X, LI G L, Aisaiti Ahedan, et al. Optimization of fermentation process of jujube brandy by fuzzy mathematics sensory evaluation combined with response surface methodology[J]. China Brewing, 2022, 41(4): 185-191.
- [5] 翟浩宇, 朱文学, 向进乐, 等. 红枣液态发酵制品研究进展[J]. 农产品加工, 2015(13): 56-59.
ZHAO H Y, ZHU W X, XIANG J L, et al. Research progress in liquid fermented jujube products[J]. Farm Products Processing, 2015(13): 56-59.
- [6] JI X L, PENG Q, YUAN Y P, et al. Isolation, structures and bioactivities of the polysaccharides from jujube fruit (*Ziziphus jujuba* Mill.): a review[J]. Food Chemistry, 2017, 227: 349-357.
- [7] 谢承孟, 邱杰, 梁艳玲, 等. 不同材质及结构蒸馏设备对米香型白酒的品质影响研究[J]. 食品与发酵工业, 2025, 51(13): 150-155, 188.
XIE C M, QIU J, LIANG Y L, et al. Effect of distillation equipment with different materials and structures on the quality of Mixiangxing Baijiu[J]. Food and Fermentation Industries, 2025, 51(13): 150-155, 188.
- [8] 谭笑, 余信, 雷鹏, 等. 基于 HS-SPME-GC-MS 的不同生产月份馥郁香型白酒酿造用大曲挥发性成分分析[J]. 食品与机械, 2024, 40(8): 40-48, 69.
TAN X, YU J, LEI P, et al. Analysis of volatile component in Daqu used for brewing Fuyu flavor Baijiu from different production months based on HS-SPME-GC-MS[J]. Food & Machinery, 2024, 40(8): 40-48, 69.
- [9] MONINTJA N C V, LEMPOY K A, LAKAT A M A. Evaluation of clean water productivity in distillation equipment with zinc-coated steel basins[J]. Eastern-European Journal of Enterprise Technologies, 2023, 125(6): 29-35.
- [10] HARDING D, POLYAKOVA M, GOTTHEIL L, et al. Process function-based selection and configuration of Process Equipment Assemblies (PEAs) demonstrated on an industrial process[J]. Chemical Engineering Research and Design, 2023, 194: 41-71.
- [11] 邓伟琼, 曹红, 赵润, 等. 不同桂花酒质量与香气成分分析[J]. 酿酒科技, 2024(11): 128-136.
DENG W Q, CAO H, ZHAO R, et al. Quality and aroma components analysis of different osmanthus liqueurs[J].

- Liquor-Making Science & Technology, 2024(11): 128-136.
- [12] 吕德勇. 巨峰葡萄蒸馏酒工艺优化及香气成分分析[D]. 沈阳: 辽宁大学, 2023: 30-44.
- LV D Y. Process optimization and aroma composition analysis of Kyoho grapes distillate[D]. Shenyang: Liaoning University, 2023: 30-44.
- [13] 陈琪, 任新雅, 庄建取, 等. 不同方法提取库买提杏干挥发性成分的比较分析[J]. 现代食品科技, 2020, 36(8): 290-298, 133.
- CHEN Q, REN X Y, ZHUANG J Q, et al. Comparative analysis of the volatile components extracted from dried kumaiti apricots by different methods[J]. Modern Food Science and Technology, 2020, 36(8): 290-298, 133.
- [14] CHEN G H, ZHU G M, XIE H, et al. Characterization of the key differential aroma compounds in five dark teas from different geographical regions integrating GC-MS, ROAV and chemometrics approaches[J]. Food Research International, 2024, 194: 114928.
- [15] 郭明遗, 邓艳, 杜前红, 等. 青李薄荷酒发酵工艺优化及风味成分分析[J]. 食品与机械, 2023, 39(6): 201-209.
- GUO M Y, DENG Y, DU Q H, et al. Fermentation process optimization and flavor composition analysis of plum peppermint wine[J]. Food & Machinery, 2023, 39(6): 201-209.
- [16] CHOWDHARY P, SINGH A, CHANDRA R, et al. Detection and identification of hazardous organic pollutants from distillery wastewater by GC-MS analysis and its phytotoxicity and genotoxicity evaluation by using *Allium cepa* and *Cicer arietinum* L[J]. Chemosphere, 2022, 297: 134123.
- [17] 刘传和, 贺涵, 邵雪花, 等. 两种菠萝鲜果及其酿造果酒酯类风味物质差异性分析[J]. 保鲜与加工, 2021, 21(7): 109-115.
- LIU C H, HE H, SHAO X H, et al. Differences analysis of flavor esters of fresh fruits and wine-products from two pineapple cultivars[J]. Storage and Process, 2021, 21(7): 109-115.
- [18] 曾田, 严红光, 段明松. 酿造工艺对杏酒中醇醛物质的影响研究[J]. 酿酒科技, 2018(11): 30-34.
- ZENG T, YAN H G, DUAN M S. Effects of different production technology on alcohol/aldehyde compounds in apricot wine[J]. Liquor-Making Science & Technology, 2018 (11): 30-34.
- [19] 张卫卫, 刘建学, 韩四海, 等. 白酒基酒中醛类物质的傅里叶变换近红外光谱检测[J]. 食品科学, 2016, 37(6): 111-115.
- ZHANG W W, LIU J X, HAN S H, et al. Determination of aldehydes in liquor base based on fourier transform near-infrared spectroscopy[J]. Food Science, 2016, 37(6): 111-115.
- [20] 郭智鑫, 张维, 郭英杰, 等. HS-SPME-GC-MS结合化学计量学分析低温驯化猕猴桃的挥发性成分[J]. 食品工业科技, 2025, 46(9): 329-339.
- GUO Z X, ZHANG W, GUO Y J, et al. Analysis of volatile organic compounds in low-temperature conditioning of kiwifruit by HS-SPME-GC-MS combined with chemometrics methods[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(9): 329-339.
- [21] 张钰欣, 昝成顺, 贺凯茹, 等. HS-SPME-GC-MS结合 ROAV 分析不同包装材料对乳粉品质的影响[J]. 食品工业科技, 2024, 45(7): 1-16.
- ZHANG Y X, ZAN C S, HE K R, et al. HS-SPME-GC-MS combined with ROAV to analyze the effect of different packaging materials on the quality of milk powder[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(9): 243-252.
- [22] 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): 5 796-5 804.
- [23] YOSHIZAKI Y, TAKAMINE K, SHIMADA S, et al. The formation of β -damascenone in sweet potato shochu[J]. Journal of the Institute of Brewing, 2011, 117(2): 217-223.
- [24] 夏亚男, 王颉. 红枣白兰地蒸馏过程不同馏分中风味物质的变化规律[J]. 食品科技, 2014, 39(10): 116-120.
- XIA Y N, WANG J. Change rules of flavoring compositions in different distillate during the distillation of jujube brandy[J]. Food Science and Technology, 2014, 39(10): 116-120.
- [25] 周颖, 张军, 陈瑞, 等. 五种澄清剂对草莓酒澄清效果、理化指标及挥发性风味物质的影响[J]. 食品与发酵工业, 2024, 50(18): 247-257.
- ZHOU Y, ZHANG J, CHEN R, et al. Effects of five clarifying agents on clarifying effect, physicochemical indexes and volatile flavor substances of strawberry wine[J]. Food and Fermentation Industries, 2024, 50(18): 247-257.
- [26] 郭智鑫, 郝丹丹, 卞建明, 等. GC-MS结合化学计量学方法分析桂花净油分子蒸馏馏分的挥发性成分[J]. 食品工业科技, 2024, 45(7): 276-285.
- GUO Z X, HAO D D, BIAN J M, et al. Analysis of volatile components in the molecular distillation fractions of osmanthus fragrans absolute by GC-MS combined with chemometrics methods[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(7): 276-285.
- [27] 屠婷瑶, 向玲, 王红梅, 等. 不同地区发酵型米酒挥发性风味化合物研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(20): 176-185.
- TU T Y, XIANG L, WANG H M, et al. Study on volatile flavor compounds of fermented rice wine in different regions[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(20): 176-185.
- [28] MAHIEU B, QANNARI E M, JAILLAIS B. Extension and significance testing of variable importance in projection (VIP) indices in partial least squares regression and principal components analysis[J]. Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 2023, 242: 104986.