

DOI: 10.12161/j.issn.1005-6521.2024.05.022

基于渗透汽化膜分离技术制备无核白葡萄酒烈酒原酒的工艺优化及其安全性分析

黎进雪^{1,2}, 王丁怡¹, 武运^{1*}, 蒲富娟¹, 张文昊¹, 尹丽萍¹, 达菊庆¹, 李宁¹, 党国芳³, 方川川³

(1.新疆农业大学 食品科学与药学院, 新疆 乌鲁木齐 830052; 2.石河子工程职业技术学院, 新疆 石河子 832000; 3.新疆中信国安葡萄酒业有限公司, 新疆 昌吉州 832299)

摘要: 该文以鲜食无核白葡萄为原料, 通过单因素结合响应面试验进行优化, 确定无核白葡萄酒烈酒原酒的最佳发酵工艺, 并通过测定甲醇、氨基甲酸乙酯(ethyl carbamate, EC)、赭曲霉毒素 A(ochratoxin A, OTA)、生物胺(biogenic amine, BA)、铁离子(Fe^{3+})含量, 评价无核白葡萄酒烈酒的安全性。结果表明, 无核白葡萄酒原酒最佳发酵工艺为酵母添加量 0.4 g/L、发酵温度 17 °C、初始糖度 24 °Brix, 该发酵工艺下的无核白葡萄酒原酒酒精度为 12.2% vol, 经过渗透汽化膜分离技术制备的无核白葡萄酒酒精度为 53% vol, 甲醇含量为 190.88 mg/L, EC 含量为 1.02 μ g/L, 未检出 OTA, 9 种 BA 检出其中 4 种(色胺、苯乙胺、章鱼胺、亚精胺), 总含量为 4.074 mg/L, Fe^{3+} 含量为 1.30 mg/L, 均未超过相关限量标准。

关键词: 无核白葡萄酒; 渗透汽化膜分离技术; 葡萄酒安全性; 生物胺; 氨基甲酸乙酯

Process Optimization and Safety Analysis of Raw Seedless White Grape Wine Based on Pervaporation Membrane Separation Technology

LI Jinxue^{1,2}, WANG Dingyi¹, WU Yun^{1*}, PU Fujuan¹, ZHANG Wenhao¹, YIN Liping¹, DA Juqing¹, LI Ning¹, DANG Guofang³, FANG Chuanchuan³

(1. College of Food Science and Pharmacy, Xinjiang Agricultural University, Urumqi 830052, Xinjiang, China; 2. Shihezi Engineering Technical College, Shihezi 832000, Xinjiang, China; 3. Xinjiang CITIC Guoan Wine Co., Ltd., Changji 832299, Xinjiang, China)

Abstract: Fresh seedless white grapes were used as raw materials, and the fermentation process was optimized through a single factor combined response surface methodology. The best fermentation technology for raw seedless white grape wine was determined. The safety of seedless white grape spirits was evaluated by measuring the content of methanol, ethyl carbamate (EC), ochratoxin A (OTA), biogenic amine (BA), and iron ions (Fe^{3+}). The results showed that the optimal fermentation process for seedless white grape spirits was yeast addition of 0.4 g/L, fermentation temperature of 17 °C, and initial sugar content of 24 °Brix. Under this fermentation process, the alcohol content of seedless white grape spirits was 12.2% vol. The alcohol content of seedless white grape spirits prepared by pervaporation membrane separation technology was 53% vol. In addition, the methanol content was 190.88 mg/L; the EC content was 1.02 μ g/L, with no OTA detected. Four out of nine kinds of BA were detected (tryptamine, phenylethylamine, octopusamine, and spermidine), with a total content of 4.074 mg/L and Fe^{3+} content of 1.30 mg/L, all of which did not exceed the relevant limit standards.

Key words: seedless white grape spirits; pervaporation membrane separation technology; safety of grape spirits; biogenic amines; ethyl carbamate

引文格式:

黎进雪, 王丁怡, 武运, 等. 基于渗透汽化膜分离技术制备无核白葡萄酒烈酒原酒的工艺优化及其安全性分析[J]. 食品研究与开发, 2024, 45(5): 163-170.

LI Jinxue, WANG Dingyi, WU Yun, et al. Process Optimization and Safety Analysis of Raw Seedless White Grape Wine Based on Pervaporation Membrane Separation Technology[J]. Food Research and Development, 2024, 45(5): 163-170.

基金项目: 新疆维吾尔自治区重大科技专项项目(2022A02002-2); 省部级大学生创新训练项目(S202210758089)

作者简介: 黎进雪(1997—), 女(汉), 硕士研究生, 研究方向: 食品营养与安全。

*通信作者: 武运(1965—), 女, 教授, 研究方向: 食品营养与安全。

新疆因其地域、日照等相关原因,葡萄丰饶,其中吐鲁番地区90%以上的葡萄种植品种都为无核白葡萄,在葡萄集中产区中位列全国第一^[1]。吐鲁番无核白葡萄鲜果糖度很高、口感优质,是鲜食葡萄中的佳品。但其主要销售渠道为干果及鲜果加工,但干果生虫率较高,而鲜果掉粒较多,且鲜食葡萄自身有着不耐长途贮运的特性^[2],并且相关产品的可选择性较多,造成鲜食葡萄在上市期间市场上出现供过于求的现象,从而使得鲜食无核白葡萄产量过剩,出现大幅度浪费,这严重制约了吐鲁番地区葡萄产业蓬勃向上发展^[3]。因此,采用质量较优的无核白葡萄进行酿造研究,不仅是酒类市场新产品的需要,也对提高无核白葡萄附加值及促进吐鲁番地区葡萄产业快速发展具有重大意义。

渗透汽化膜分离技术作为近40年发展起来的一项高新技术^[4],它具有符合现代生产发展需要的条件,即节能、优质、无污染等。膜是具有选择性分离功能的材料^[5],利用膜的选择透过性可代替传统蒸馏工艺,富集酒精、提高酒度以达到高度酒的生产标准。李天宇等^[6]表示,在白酒的基酒处理中,渗透汽化膜将会表现出更多的应用潜力,为酒企业解决实际生产问题。谭淑娟^[7]也对渗透汽化膜在发酵酒脱醇过程中的应用进行了研究。曾里等^[8]使用新型硅橡胶复合膜分离干红葡萄酒时,发现渗透汽化膜对乙醇的通透量影响极大,乙酸乙酯、异戊醇等醇类、酯类物质也能较好地通过,这表明膜渗透汽化技术是一项全新的分离葡萄酒方法。

随着人们生活水平的提高,大众选择酒类逐渐从性价比转换到安全性,故需对高度酒的安全性进行深入研究,葡萄酒中的氨基甲酸乙酯(ethyl carbamate, EC)、赭曲霉毒素A(ochratoxin A, OTA)、生物胺(biogenic amines, BA)^[9]都制约着葡萄酒行业的健康蓬勃发展,全莉等^[10]通过监测葡萄酒酿造及贮藏过程OTA的变化规律,探究OTA对新疆葡萄酒品质的影响,结果表明在白葡萄酒酿造过程中OTA含量呈显著下降趋势。邓玉杰等^[11]通过对新疆不同地区生产的葡萄酒中8种BA含量进行测定,结果表明和田地区葡萄酒中总生物胺含量最少,为新疆地区葡萄酒中BA的安全品质控制提供依据。邹弯等^[12]对贮存过程中EC含量变化进行了研究,并建立了预测贮存过程中EC含量的方程。

因此,本研究以无核白葡萄为原料,经发酵、富集得到无核白葡萄酒,并通过相关安全性检测试验,保障无核白葡萄酒的安全性,证明渗透汽化膜技术可适用于酿酒行业,以期为无核白葡萄加工发展新途径、革新酿酒工艺提出科学的理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

无核白葡萄(初始糖度219.5 g/L,总酸4.7 g/L):市

售;酿酒酵母、白佳酿酵母:意大利爱赛科有限公司;焦亚硫酸钾:天津名人生物科技有限公司;果胶酶RF(果胶酶 ROHAVIN Flash,酶活力8 600 U/g):法国拉氟德公司;甲醇、叔戊醇、赭曲霉毒素A(纯度均≥99%)、组胺盐酸盐、β-苯乙胺盐酸盐、酪胺盐酸盐、色胺盐酸盐(纯度均>99%)、腐胺盐酸盐、尸胺盐酸盐、1,7-二氨基庚烷(纯度均>98%)、亚精胺盐酸盐、章鱼胺盐酸盐、精胺盐酸盐(纯度均>97%)、冰乙酸、乙腈(均为色谱纯):四川省维克奇生物科技有限公司。

1.2 仪器与设备

VELO/DPC-200 气囊压榨机:意大利 velp 公司;PDMS 商用复合膜:南京九思高科技公司;LC40 高效液相色谱仪、GC-2030 气相色谱仪:日本岛津公司。

1.3 试验方法

1.3.1 无核白葡萄酒净汁的制备

鲜食无核白葡萄经清洗、除梗、压榨取汁,分别添加0.02 mL/L 果胶酶 RF、0.05 g/L 偏重亚硫酸钾,低温澄清24 h,得到鲜食无核白葡萄酒净汁,进行后续试验。

1.3.2 单因素试验设计

以无核白葡萄酒为原料,通过单因素试验分别研究初始糖度、发酵温度、酵母添加量对无核白葡萄酒烈酒原酒精度的影响。单因素试验因素及水平见表1。

表1 单因素试验因素及水平

Table 1 Factors and levels of single factor test

水平	初始糖度/ ^g Brix	发酵温度/ ^g °C	酵母添加量/(g/L)
1	19	12	0.1
2	21	14	0.2
3	23	16	0.3
4	25	18	0.4
5	27	20	0.5

1.3.3 响应面试验设计

在单因素试验结果基础上,进行三因素三水平的响应面试验,以酒精度为响应值,确定无核白葡萄酒烈酒原酒的最佳工艺参数。响应面试验因素与水平见表2。

表2 响应面试验因素与水平

Table 2 Factors and levels of response surface test

水平	A 酵母添加量/(g/L)	B 发酵温度/ ^g °C	C 初始糖度/ ^g Brix
-1	0.2	14	21
0	0.3	16	23
1	0.4	18	25

1.3.4 基本理化指标测定

酒精度根据GB 5009.225—2016《食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定》进行测定^[13];总酸含量根据GB/T 15038—2006《葡萄酒、果酒通用分析方法》进行测定^[14];微生物检测参照戴奕杰^[15]方法进行测定。

1.3.5 无核白葡萄烈酒的制备

渗透汽化膜生产无核白葡萄烈酒工艺见图1。

第一阶段:利用分离膜,将无核白葡萄原酒在合适的温度和分离时间条件下进行分离,酒精、部分水及挥

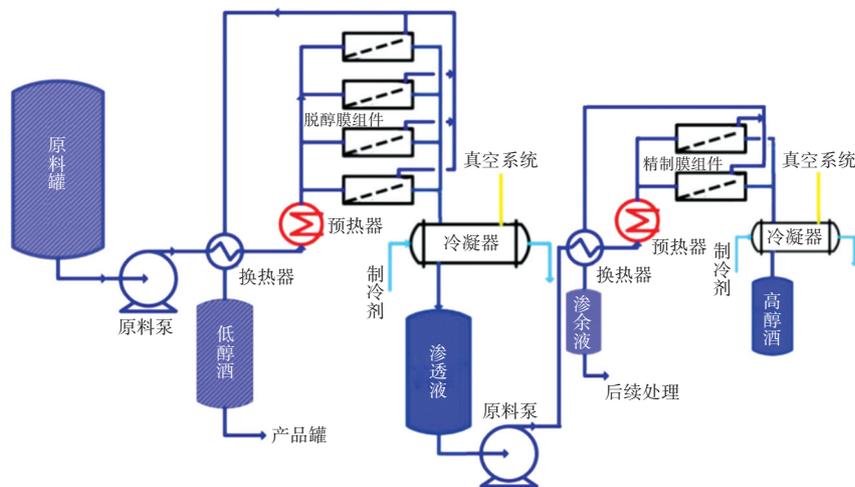


图1 渗透汽化膜生产无核白葡萄烈酒工艺

Fig.1 Process of producing seedless white grape spirit by pervaporation membrane

发性香气成分透过膜富集,在低真空状态下汽化,通过冷凝收集得到酒精浓度明显提升的渗透液,即酒精度较高的葡萄烈酒。进料温度:45℃;运行时间:12h;原料循环泵流量为48 m³/h;膜上游侧原料循环系统压力≤0.3 MPa;膜下游真空系统压力为5 kPa;载冷剂温度:-10~-15℃。

第二阶段:继续利用分离膜,对第一阶段的渗透液进行分离,膜的透过侧最终富集得到高酒精度的无核白葡萄烈酒。进料温度:45℃;运行时间:12h;原料循环泵流量为20 m³/h;膜上游侧原料循环系统压力≤0.3 MPa;膜下游真空系统压力为2 kPa;载冷剂温度:-10~-15℃。

1.3.6 无核白葡萄烈酒安全性测定

1.3.6.1 甲醇含量的测定

根据 GB 5009.266—2016《食品安全国家标准 食品中甲醇的测定》^[16]中的方法进行测定。

1.3.6.2 重金属残留-铁离子含量的测定

根据 GB/T 15038—2006《葡萄酒、果酒通用分析方法》^[14]中的方法进行测定。

1.3.6.3 生物胺含量的测定

根据 GB 5009.208—2016《食品安全国家标准 食品中生物胺的测定》^[17]中的方法进行测定。

1.3.6.4 赭曲霉毒素 A 含量的测定

根据 GB 5009.96—2016《食品安全国家标准 食品中赭曲霉毒素 A》^[18]中的方法进行测定。

1.3.6.5 氨基甲酸酯含量的测定

根据 GB 5009.223—2014《食品安全国家标准 食品中氨基甲酸酯的测定》^[19]中的方法进行测定。

1.4 数据处理

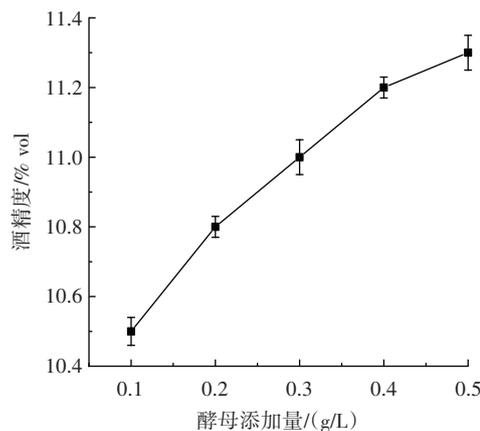
采用 Excle 2019 进行相关数据统计;运用 Origin 95

绘制数据图。

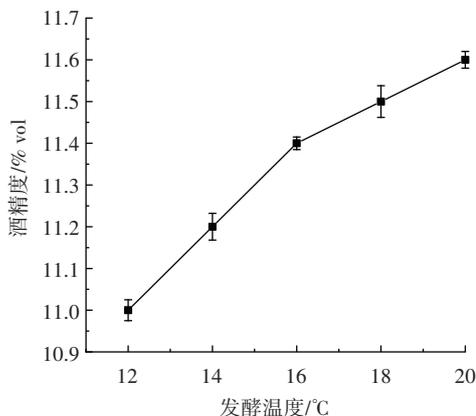
2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

不同酵母添加量、初始糖度、发酵温度对无核白葡萄原酒发酵过程中酒精度的影响见图2。



A. 不同酵母添加量



B. 不同发酵温度

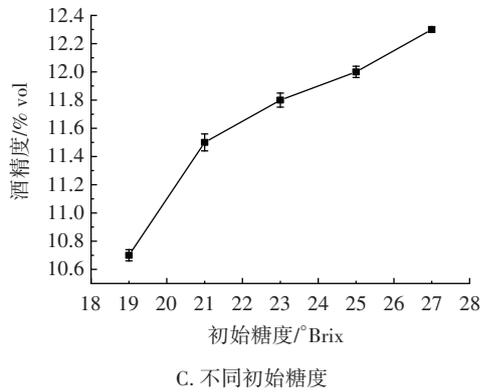


图2 酵母添加量、初始糖度、发酵温度对无核白葡萄烈酒原酒发酵过程中酒精度的影响

Fig.2 Effect of yeast addition, initial sugar content, and fermentation temperature on alcohol content of raw seedless white grape wine during fermentation

由图2A可知,酒精度与酵母添加量呈正比,酵母添加量增加,发酵周期则缩短,酒精转化量增大;若酵母添加量持续增加,酒精转化量增加不明显,且酵母整体风味较为明显,干白特有口感降低,故确定酵母添加量为0.2、0.3、0.4 g/L进行后续响应面设计;由图2B可知,随着发酵温度升高,酒精转化量增加,且发酵时长缩短,但酒精度上升逐步平缓,16℃与20℃发酵下的酒精转化量差异较小,且发酵温度在20℃时,酒体因为温度过高会损失部分干白的特别香气,导致风味、口感较差,故确定发酵温度为14、16、18℃进行后续响应面设计;由图2C可知,初始糖度越高,酒精产量越高,糖度在27°Brix时酒精度最高,但过高糖度会影响酵母生长,使发酵滞留或暂停发酵,造成发酵周期过长,故确定初始糖度为21、23、25°Brix进行后续响应面设计。

2.2 无核白葡萄烈酒发酵条件的优化

2.2.1 响应面设计试验设计与结果

由单因素试验结果综合考量,选择使用酵母添加量(A)、发酵温度(B)、初始糖度(C)作为自变量,使用无核白葡萄烈酒原酒的酒精度(Y)作为响应值,响应面设计试验设计结果见表3。

表3 无核白葡萄发酵条件响应面设计试验设计结果

Table 3 Response surface design results of seedless white grape fermentation conditions

序号	A 酵母添加量	B 发酵温度	C 初始糖度	Y 酒精度/ % vol
1	0	1	-1	10.6
2	-1	0	-1	9.7
3	1	-1	0	11.5
4	1	1	0	12.2
5	0	0	0	11.7
6	-1	1	0	11.2

续表3 无核白葡萄发酵条件响应面设计试验设计结果

Continue table 3 Response surface design results of seedless white grape fermentation conditions

序号	A 酵母添加量	B 发酵温度	C 初始糖度	Y 酒精度/ % vol
7	-1	-1	0	9.7
8	0	0	0	11.9
9	0	0	0	11.7
10	1	0	-1	10.8
11	0	0	0	12.0
12	0	0	0	11.8
13	0	-1	-1	10.0
14	0	-1	1	10.6
15	1	0	1	12.0
16	-1	0	1	11.2
17	0	1	1	11.6

经多元回归方程拟合,建立以鲜食无核白葡萄烈酒原酒的酒精度为评价指标的拟合方程:酒精度(Y)= $11.82+0.5A+0.48B+0.54C-0.2AB-0.075AC+0.1BC-0.22A^2-0.45B^2-0.67C^2$ 。对该回归方程进行方差分析,结果见表4。

表4 回归模型方差分析

Table 4 Analysis of variance of regression model

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	P值	显著性
模型	10.33	9	1.15	21.99	0.000 2	**
A	2.76	1	2.76	52.88	0.000 2	**
B	1.81	1	1.81	34.57	0.000 6	**
C	2.31	1	2.31	44.26	0.000 3	**
AB	0.16	1	0.16	3.06	0.123 5	
AC	0.023	1	0.023	0.43	0.532 5	
BC	0.040	1	0.040	0.77	0.410 5	
A ²	0.21	1	0.21	3.99	0.085 9	
B ²	0.84	1	0.84	16.15	0.005 1	**
C ²	1.90	1	1.90	36.47	0.000 5	**
残差	0.37	7	0.052			
失拟项	0.30	3	0.099	5.83	0.060 7	
纯误差	0.068	4	0.017			
总和	10.70	16				

注:**表示影响极显著(P<0.01)。

由表4可以看出,多元回归模型 $F=21.99, P<0.01$,该模型极显著;失拟项 $F=5.83, P>0.05$,失拟项不显著,表明各因素(A、B、C)与响应值(Y)之间存在较为良好的线性关系;决定系数 $R^2=0.965 8$,校正系数 $R^2_{Adj}=0.921 9$,不能被该回归方程解释的变异不到1%,说明回归方程拟合度较为优异,能够较为准确地对响应值(酒精度)进行分析预测。对表4进行结果分析,可以看出模型中一次项A、B、C以及二次项B²、C²影响极显

著($P < 0.01$),表明三因素与响应值之间存在较为复杂的线性关系,且根据三因素的 F 值可知,各因素对响应值(酒精度)的影响顺序为 $A > C > B$,即酵母添加量对无核白葡萄烈酒原酒的酒精度影响最大,其次是初始糖度,发酵温度对无核白葡萄烈酒原酒的影响最小。

由交互项的 F 值可以看出, AC 及 BC 影响无核白葡萄烈酒原酒酒精度的交互作用小于 AB 。

2.2.2 响应面分析

为验证两因素交互作用对响应值的影响^[20],各因素间三维响应面及等高线见图3。

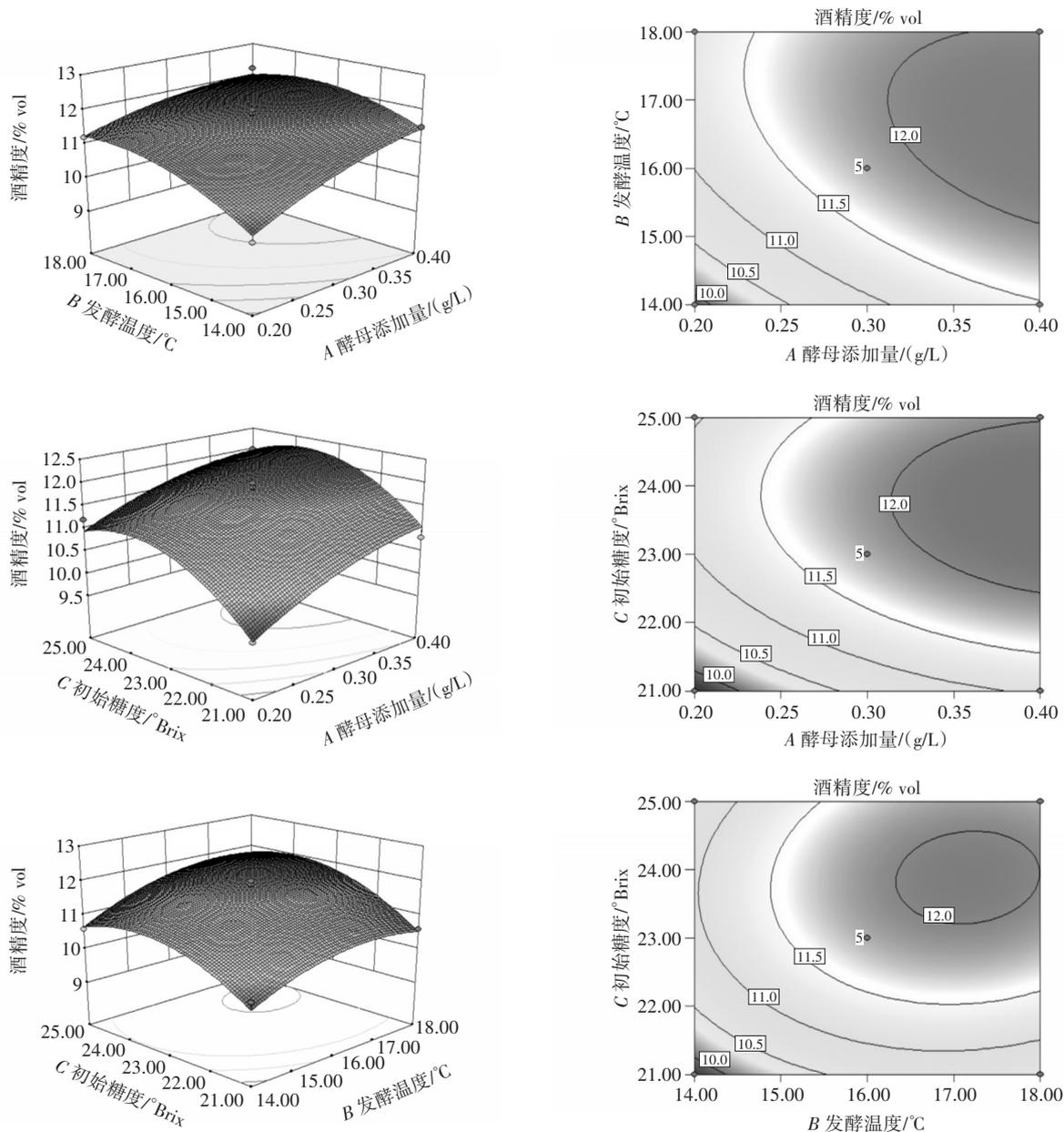


图3 各试验因素交互作用的响应面和等高线

Fig.3 Response surface and contour plots of interaction of experimental factors

由图3可知,各单因素均对响应值产生影响,且响应值随着因素水平的上升,呈先上升后逐步下降的趋势。且发酵温度和初始糖度的响应面坡度较小,等高线趋于圆形,说明两者之间的交互作用相对较小,对响应值的影响较小。

2.2.3 响应面验证试验

通过使用 Design Expert V8.0.6 软件优化回归方程

中发酵工艺参数,确定无核白葡萄烈酒原酒的最佳工艺:酵母添加量 0.4 g/L、初始糖度 23.74 °Brix、发酵温度 16.7 °C。此条件下,预测无核白葡萄烈酒原酒的酒精度为 12.318% vol。为保证试验的可实施性,调整工艺条件为酵母添加量 0.4 g/L、发酵温度 17 °C、初始糖度 24 °Brix,并重复试验 3 次,最终得出无核白葡萄烈酒原酒的酒精度为 12.2% vol。通过渗透汽化膜分离

技术,得到的无核白葡萄烈酒酒精度为 53% vol,得出结果与预测结果基本吻合,表明该模型可用于无核白葡萄烈酒原酒发酵工艺参数的预测。

2.2.4 无核白葡萄烈酒的理化指标结果分析

无核白葡萄烈酒各项指标:细菌总数 ≤ 40 CFU/mL;大肠杆菌 ≤ 3 MPN/100 mL;酒精度 53% vol,总酸含量 0.28 g/L;未检出致病菌,符合国家标准。

2.2.5 无核白葡萄烈酒安全性测定结果分析

2.2.5.1 无核白葡萄烈酒中甲醇、 Fe^{3+} 含量分析

通过对无核白葡萄烈酒原酒,以及渗透汽化膜一次及二次过膜酒样(无核白葡萄烈酒)中的甲醇及 Fe^{3+} 进行定量分析和安全性评估,结果如表 5 所示。

表 5 无核白葡萄烈酒原酒及烈酒中甲醇、 Fe^{3+} 含量

安全性指标	无核白葡萄烈酒原酒	一次过膜酒样	无核白葡萄烈酒
甲醇	98.64 \pm 0.03	149.70 \pm 0.12	190.88 \pm 0.05
Fe^{3+}	5.00 \pm 0.03	3.40 \pm 0.02	1.30 \pm 0.08

由表 5 可知,原酒中的甲醇含量低于无核白葡萄烈酒,表明渗透汽化膜对甲醇分子具有较好的选择透过性。参考 GB 2757—2012《食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒》^[21]中相关规定,水果蒸馏酒中的甲醇含量 ≤ 2 g/L,即远大于无核白葡萄烈酒的甲醇含量,故无核白葡萄烈酒原酒及烈酒均符合国家相关限量标准。葡萄酒中含有适量的金属元素会对人体产生较好的保护机制,过量则会在酒中与其他物质产生络合反应,让酒体产生浑浊和沉淀,影响酒的色泽和口感。金属元素以铁和铜为主,且铁所导致的铁破败病更容易出现^[22],故葡萄酒中的 Fe^{3+} 关系着酒体的品质问题。GB/T 15037—2006《葡萄酒》^[23]中对 Fe^{3+} 有明确要求,葡萄酒中 Fe^{3+} 含量应低于 8 mg/L。由表 5 可知,无核白葡萄烈酒原酒及烈酒中 Fe^{3+} 含量均符合国家标准,且通过渗透汽化膜一次富集及二次富集, Fe^{3+} 的含量逐步下降,这可能是 Fe^{3+} 无法通过渗透汽化膜孔径所导致。

2.2.5.2 无核白葡萄烈酒中生物胺含量分析

对无核白葡萄烈酒原酒、渗透汽化膜一次过膜酒样及二次过膜酒样(即无核白葡萄烈酒)中的 9 种 BA 进行定量分析和安全性评估,结果如表 6 所示。

由表 6 可知,尸胺、组胺、酪胺、精胺在 3 种酒样中均为检出,腐胺只在烈酒原酒中检出,其余 4 种生物胺均有检出。经过渗透汽化膜一次富集、二次富集后,色胺整体呈小幅增加趋势,苯乙胺、章鱼胺经过一次过膜、二次过膜呈较大幅度的下降趋势,亚精胺的变化趋势不明显,这可能是因为渗透汽化膜对大分子物质的透过性较低。组胺在 BA 中毒性最强,多国已经对葡萄

表 6 无核白葡萄原酒及烈酒中 BA 检测结果

Table 6 Test results of BA in raw seedless white grape wine and its spirits mg/L

项目	无核白葡萄烈酒原酒	一次过膜酒样	无核白葡萄烈酒
色胺	2.942 \pm 0.030	4.851 \pm 0.160	3.071 \pm 0.050
苯乙胺	3.322 \pm 0.050	0.124 \pm 0.340	0.071 \pm 0.070
腐胺	3.051 \pm 0.120	ND	ND
尸胺	ND	ND	ND
组胺	ND	ND	ND
章鱼胺	0.354 \pm 0.060	0.332 \pm 0.530	0.223 \pm 0.330
酪胺	ND	ND	ND
亚精胺	0.795 \pm 0.130	1.447 \pm 0.030	0.709 \pm 0.080
精胺	ND	ND	ND
总生物胺含量	10.464	6.754	4.074

注:ND 表示未检出。

酒中的组胺设立了明确的限量标准(法国规定葡萄酒中的组胺含量 ≤ 8 mg/L,澳大利亚和瑞士 ≤ 10 mg/L)^[24],3 种样品中均为检出组胺,故应用渗透汽化膜分离技术酿制无核白葡萄烈酒的安全性较高。

2.2.5.3 无核白葡萄烈酒中赭曲霉毒素 A、氨基甲酸乙酯含量分析

对无核白葡萄烈酒原酒、渗透汽化膜一次富集及二次富集(无核白葡萄烈酒)中的 OTA、EC 进行定量分析和安全性评估,检测结果如表 7 所示。

表 7 无核白葡萄烈酒原酒及烈酒中 OTA 及 EC 检测结果

Table 7 OTA and EC test results of raw seedless white grape wine and its spirits μ g/L

安全性指标	无核白葡萄烈酒原酒	一次过膜酒样	无核白葡萄烈酒
赭曲霉毒素 A	0.35 \pm 0.15	0.21 \pm 0.03	ND
氨基甲酸乙酯	3.43 \pm 0.02	1.86 \pm 0.13	1.02 \pm 0.05

注:ND 表示未检出。

由表 6 可知,3 种样品中无核白葡萄烈酒未检测出 OTA,烈酒原酒及一次过膜酒样中 OTA 含量也较低。国际葡萄与葡萄酒组织(International Organization of Vine and Wine, OIV)规定,葡萄酒中 OTA 的限量标准为 2.0 μ g/kg^[25],在 GB 2761—2017《食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》^[26]中也有明确规定,OTA 含量不得超过 2.0 μ g/kg,无核白葡萄烈酒原酒及烈酒中 OTA 含量均未超过相关限量标准。3 种样品中均检测出 EC,且通过渗透汽化膜分离技术制备的无核白葡萄烈酒与烈酒原酒相比,含量下降明显。加拿大对酒类中的 EC 含量做了较为清晰的规定^[27],即葡萄酒中 EC 质量浓度 < 30 μ g/L、水果白兰地 EC 质量浓度 < 500 μ g/L,因此,无核白葡萄烈酒原酒及烈酒 EC 含量均未超过

限量标准。

3 结论

为得到优质的无核白葡萄烈酒原酒以及无核白葡萄烈酒,本文通过单因素及响应面试验优化鲜食无核白葡萄的发酵工艺,得出发酵无核白葡萄的最优条件为酵母添加量 0.4 g/L、发酵温度 17 °C、初始糖度 24 °Brix,其原酒酒精度为 12.2% vol。通过渗透汽化膜分离技术富集后,烈酒酒精度为 53% vol。同时,对渗透汽化膜分离技术制备的无核白葡萄烈酒进行安全性分析,各指标均未超过相关限量标准,安全性较高。表明渗透汽化膜分离技术可用于高度酒的生产,是较为优秀的绿色工艺。未来应对渗透汽化膜分离技术制备的烈酒进行香气及感官评价,深入了解此工艺制备的高度酒的品质,为渗透汽化膜分离技术的应用提供参考。

参考文献:

- [1] 毛亮,王婷,董胜利,等.吐鲁番发展无核白葡萄酒产业可行性分析及建议[J].酿酒科技,2015(1):135-136,140.
MAO Liang, WANG Ting, DONG Shengli, et al. The feasibility analysis and suggestions on the development of Turpan Thompson seedless wine industry[J]. Liquor-Making Science & Technology, 2015(1): 135-136, 140.
- [2] LO'AY A A, TAHA N A, EL-KHATEEB Y A. Storability of 'Thompson Seedless' grapes: Using biopolymer coating chitosan and polyvinyl alcohol blending with salicylic acid and antioxidant enzymes activities during cold storage[J]. Scientia Horticulturae, 2019, 249: 314-321.
- [3] 艾力·哈斯木,李泽平,李雪莲,等.不同晾房晾制吐鲁番无核白葡萄的干燥特性及品质比较[J].食品与机械,2020,36(8):141-146.
ELI Kasimu, LI Zeping, LI Xuelian, et al. Drying characteristics and quality of Turpan seedless white grape in different drying rooms[J]. Food & Machinery, 2020, 36(8): 141-146.
- [4] 黎进雪,吕泽,王伟雄,等.基于感官和气相色谱-离子迁移谱分析传统高温蒸馏和渗透汽化膜分离技术对无核白葡萄烈酒香气物质的影响[J].食品与发酵工业,2023,49(2):280-287.
LI Jinxue, LYU Ze, WANG Weixiong, et al. Effects of traditional high temperature distillation and pervaporation membrane separation technologies on aroma compounds of Thompson seedless spirit based on sensory and GC-IMS analysis[J]. Food and Fermentation Industries, 2023, 49(2): 280-287.
- [5] ZHANG X, TONG Z W, LIU C, et al. Functionalized MOF-derived nanoporous carbon as compatible nanofiller to fabricate defect-free PDMS - based mixed matrix pervaporation membranes[J]. ACS Omega, 2022, 7(18): 15786-15794.
- [6] 李天宇,常宝.浅谈渗透汽化膜技术及其在白葡萄酒中的应用前景[J].现代食品,2019(16):94-96,98.
LI Tianyu, CHANG Bao. Talking about pervaporation membrane technology and its application prospect in liquor[J]. Modern Food, 2019(16): 94-96, 98.
- [7] 谭淑娟.渗透汽化在发酵酒脱醇过程中的应用研究[D].南京:南京大学,2006.
TAN Shujuan. Study on application of pervaporation in dealcoholization of fermented wine[D]. Nanjing: Nanjing University, 2006.
- [8] 曾里,曾凡骏,肖泽仪,等.新型硅橡胶复合膜用于分离干红葡萄酒的研究[J].酿酒,2007,34(6):70-72.
ZENG Li, ZENG Fanjun, XIAO Zeyi, et al. study on the separating component of dry red wine by pervaporation using composite silicone rubber membrane[J]. Liquor Making, 2007, 34(6): 70-72.
- [9] BABAeva M V, ZHIROV V M, ZHUKOVSKAYA S V, et al. Research of extract components for the purpose of quality control and safety of wines[J]. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, 2022, 1052(1): 012109.
- [10] 全莉,马文瑞,王雪薇,等.新疆葡萄酒中赭曲霉毒素 A 含量分析[J].中国酿造,2018,37(7):180-184.
QUAN Li, MA Wenrui, WANG Xuewei, et al. Analysis of ochratoxin A content in Xinjiang grape wine[J]. China Brewing, 2018, 37(7): 180-184.
- [11] 邓玉杰,马雪蕾,张凯婷,等.新疆不同地区生产的葡萄酒中八种生物胺含量的测定[J].中国酿造,2016,35(7):171-174.
DENG Yujie, MA Xuelei, ZHANG Kaiting, et al. Determination of eight kinds of biogenic amines content in wine from Xinjiang different regions[J]. China Brewing, 2016, 35(7): 171-174.
- [12] 邹弯,魏玉洁,王德良,等.葡萄酒贮存过程中氨基甲酸乙酯动力学反应[J].食品与发酵工业,2016,42(4):32-37.
ZOU Wan, WEI Yujie, WANG Deliang, et al. Ethyl carbamate production kinetics during wine storage[J]. Food and Fermentation Industries, 2016, 42(4): 32-37.
- [13] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会.食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定:GB 5009.225—2016[S].北京:中国标准出版社,2017.
National Health and Family Planning Commission of the People's Republic of China. National food safety standard Determination of ethanol concentration in wine: GB 5009.225—2016[S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.
- [14] 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,2008.
General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China, Standardization Administration of the People's Republic of China. Analytical methods of wine and fruit wine: GB/T 15038—2006[S]. Beijing: Standards Press of China, 2008.
- [15] 戴奕杰,孙端方.监控饮料加工过程中的微生物检测方法[J].食品安全导刊,2018(24):76.
DAI Yijie, SUN Duanfang. Microbial detection method for monitoring beverage processing[J]. China Food Safety Magazine, 2018(24): 76.
- [16] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会,国家食品药品监督管理总局.食品安全国家标准 食品中甲醇的测定:GB 5009.266—2016[S].北京:中国标准出版社,2017.
National Health and Family Planning Commission of the People's Republic of China, National Medical Products Administration. National food safety standard Determination of methanol in food: GB 5009.266—2016[S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.
- [17] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会,国家食品药品监督管理总局.食品安全国家标准 食品中生物胺的测定:GB 5009.208—2016[S].北京:中国标准出版社,2017.
National Health and Family Planning Commission of the People's Republic of China, National Medical Products Administration. National food safety standard Determination of biomass in food: GB 5009.208—2016[S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.
- [18] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会,国家食品药品监督管理总局.食品安全国家标准 食品中赭曲霉毒素 A 的测定:

- GB 5009.96—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
- National Health and Family Planning Commission of the People's Republic of China, National Medical Products Administration. National food safety standard Determination of ochratoxin A in food: GB 5009.96—2016[S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.
- [19] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 食品安全国家标准 食品中氨基甲酸乙酯的测定: GB 5009.223—2014[S]. 北京: 中国标准出版社, 2015.
- National Health and Family Planning Commission of the People's Republic of China. National food safety standard Determination of ethyl amino acid ethyl ester in food: GB 5009.223—2014[S]. Beijing: Standards Press of China, 2015.
- [20] LOU Q, WU Y X, DING H J, et al. Degradation of sulfonamides in aquaculture wastewater by laccase - syringaldehyde mediator system: Response surface optimization, degradation kinetics, and degradation pathway[J]. Journal of Hazardous Materials, 2022, 432: 128647.
- [21] 中华人民共和国卫生部. 食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒: GB 2757—2012[S]. 北京: 中国标准出版社, 2013.
- Ministry of Health of the People's Republic of China. National food safety standards Distilled spirits and liqueur: GB 2757—2012[S]. Beijing: Standards Press of China, 2013.
- [22] 范英华, 丁刚. 葡萄酒中铁破败机理及防治研究[J]. 中外葡萄与葡萄酒, 2002(4): 61-62.
- FAN Yinghua, DING Gang. Study on the mechanism and prevention of iron breakage in wine[J]. Sino-Overseas Grapevine & Wine, 2002(4): 61-62.
- [23] 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: GB/T 15037—2006[S]. 北京: 中国标准出版社, 2007.
- General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China, Standardization Administration of the People's Republic of China. Wine: GB/T 15037—2006[S]. Beijing: Standards Press of China, 2007.
- [24] MARTÍN-ÁLVAREZ P J, MARCOBAL Á, POLO C, et al. Influence of technological practices on biogenic amine contents in red wines[J]. European Food Research and Technology, 2006, 222(3): 420-424.
- [25] VALON D, ANELIYA G, ANGEL A, et al. Quantitative determination of ochratoxin a in bottled wine[J]. Food in Health and Disease, 2015, 4(1): 11-15.
- [26] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量: GB 2761—2017[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
- National Health and Family Planning Commission of the People's Republic of China, National Medical Products Administration. National food safety standard Maximum levels of fungal toxins in food: GB 2761—2017[S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.
- [27] 刘洋, 李运奎, 韩富亮, 等. 葡萄酒中氨基甲酸乙酯的研究进展[J]. 食品科学, 2019, 40(7): 289-295.
- LIU Yang, LI Yunkui, HAN Fuliang, et al. Ethyl carbamate in wine: A review[J]. Food Science, 2019, 40(7): 289-295.

加工编辑: 张昱
收稿日期: 2022-09-12