

橄榄果酒的研制及其风味物质分析

卫春会¹, 郑自强¹, 郭燕¹, 刘燕梅², 任志强¹, 黄治国¹, 邓杰¹

(1. 四川轻化工大学酿酒生物技术及应用四川省重点实验室, 四川宜宾 644000)

(2. 宜宾市产品质量监督检验所, 四川宜宾 644000)

摘要: 本研究以橄榄果为原料发酵生产橄榄果酒, 通过单因素试验探索了酵母接种量、初始糖度、发酵时间、发酵温度、初始 pH 值对橄榄果酒感官品质的影响, 用正交试验和验证试验, 确定了橄榄果酒最佳的发酵工艺条件, 结果表明: 在初始 pH 4.0, 酵母接种量 7%, 初始糖度 22 °Bx, 28 °C 条件下发酵 9 d, 获得的橄榄果酒酒精度达 (12.20±0.45) % vol, 含糖量为 5.26 g/L, 酸度为 5.46 g/L。最佳工艺条件下, 成品酒酸涩适中, 果香浓郁, 酒液微黄透亮, 后味清爽, 理化指标达到相关标准。通过固相微萃取和气相色谱质谱联用法检测分析发现橄榄果酒中含有 74 种风味物质, 其中酯类 26 种、醇类 13 种、烷类 4 种、烯类 12 种、酚类 1 种、醚类 1 种, 其他 17 种, 其中, 乙酸丁酯、苯乙醇、异戊醇、癸酸乙酯、月桂酸乙酯、乙酸苯乙酯、 α -律草烯、 α -蒎烯、 β -榄香烯等萜烯类物质对滋味有显著贡献作用, 使成品酒风格突出, 赋予了橄榄果酒独特的口感。

关键词: 橄榄果; 果酒; 工艺; 风味物质

文章编号: 1673-9078(2020)12-234-242

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2020.12.0501

Development of Olive Fruit Wine and Analysis of Its Flavor Substances

WEI Chun-hui¹, ZHENG Zi-qiang¹, GUO Yan¹, LIU Yan-mei², REN Zhi-qiang¹, HUANG Zhi-guo¹, DENG Jie¹

(1. Sichuan University of Science & Engineering, Liquor Making Biotechnology and Application Key Laboratory of Sichuan Province, Yibin 644000, China)

(2. Yibin Product Quality Supervision and Inspection Institute, Yibin 644000, China)

Abstract: In this research, olive fruit wine was produced *via* fermentation with olive fruit as the raw material. The effects of yeast inoculation amount, initial sugar content, fermentation time, fermentation temperature and initial pH value on the sensory quality of olive fruit wine were studied by the single factor tests. The optimal fermentation conditions of olive fruit wine were determined by the orthogonal experiments and verification tests. The results showed that the olive fruit wine had an alcohol content of (12.20±0.45)% vol, sugar content of 5.26 g/L and acidity of 5.46 g/L after the fermentation at the initial pH of 4.0, yeast inoculation amount of 7%, initial sugar degree of 22 °Bx and 28 °C for 9 days. Under the optimal processing conditions, the finished wine was moderately astringent, rich in fruit aroma, and slightly yellow and translucent, with a refreshing aftertaste, therefore, its physical and chemical indices meet the relevant standards. Through the solid-phase microextraction and gas chromatography-mass spectrometry detection and analysis, it was found that olive fruit wine contained 74 flavor substances in olive fruit wine, including 26 esters, 13 alcohols, 4 alkanes, 12 alkenes, 1 phenol, 1 ether, and 17 other substances, among which, butyl acetate, phenylethanol, isoamyl alcohol, ethyl decanoate, ethyl laurate, phenylethyl acetate, and terpenes such as α -rhytene, α -pinene and β -elemene were significant contributors to the characteristic flavor of olive fruit wine, making the wine outstanding in style and unique in mouthfeel.

Key words: olive fruit; fruit wine; technology; flavor substance

引文格式:

卫春会, 郑自强, 郭燕, 等. 橄榄果酒的研制及其风味物质分析[J]. 现代食品科技, 2020, 36(12): 234-242

WEI Chun-hui, ZHENG Zi-qiang, GUO Yan, et al. Development of olive fruit wine and analysis of its flavor substances [J]. Modern Food Science and Technology, 2020, 36(12): 234-242

收稿日期: 2020-05-29

基金项目: 自贡市科技创新苗子工程项目 (2019CXMZ06); 四川轻化工大学省级大学生创新创业训练计划项目 (201810622077)

作者简介: 卫春会 (1980-), 女, 高级实验师, 研究方向: 酿酒生物技术及应用

通讯作者: 邓杰 (1988-), 男, 实验师, 研究方向: 酿酒生物技术及应用

青橄榄 (*Canarium album* Raeusch.) 又称青果、黄榄、山榄、青子等, 呈椭圆枣核型, 果子外壳呈青黄色、鲜绿色^[1]。青橄榄中含有蛋白质、脂肪、碳水化合物、钙、铁、锰、锌等营养物质, 具有“生津液、止烦渴、治咽喉痛, 品味咽汁能解蟹毒”的功效^[2]。橄榄果初尝其味苦中带涩, 细细咀嚼后则酸中回甘, 其苦涩味主要来源于橄榄中丰富的酚类物质, 因此青橄榄还具有抗氧化, 抗病毒等作用^[3,4]。此外, 橄榄还富含单宁, 具有抗衰老抗癌等功能^[5]。因此, 橄榄产品具有巨大的发展前景。

传统的橄榄产品有咸橄榄、橄榄蜜饯等, 但因其易染杂菌且生产费时费力严重阻碍了橄榄产业的发展。而现代化新型橄榄茶、制剂、饮料等产品虽能弥补传统橄榄产品的缺点, 但口感却不如传统工艺香醇^[6]。目前, 橄榄产业方兴未艾, 需要采用更有效的方法将传统工艺与现代化技术相融合, 高效率生产出受消费者青睐且高质量、高品质的橄榄产品。

果酒是人类史上最古老的酒精饮料之一, 是最健康、最卫生的饮料^[7]。果酒即利用新鲜水果或新鲜果汁中的糖分为原料, 通过酵母菌进行控温发酵, 最后酿制成酒精度在 7.00% vol~18.00% vol 之间且含有水果风味的饮料酒^[8]。随着人们生活水平的提高, 越来越多的人开始喜欢健康、营养的果酒饮料, 近年来我国对果酒的研究已日渐成熟, 但对橄榄果酒发酵工艺的研究还处于起步阶段^[9]。因此, 本文以青橄榄为原料酿制橄榄果酒, 通过优化橄榄果酒发酵工艺, 并对其酿造特性进行初步探究, 以期开发出橄榄酒新产品, 为橄榄产业前景探索新出路和方向, 提高橄榄果的应用价值和经济价值。

1 材料与方法

1.1 原料

新鲜橄榄果, 广东省汕头市橄榄基地; 果酒酵母, 酿酒生物技术及应用四川省重点实验室菌种。

1.2 主要仪器设备

SHD-设循环水式真空泵, 常州普天仪器制造有限公司; WYT-真空手持折光仪, 成都格纳丝商贸有限公司; 7890A-5975B 气相色谱质谱联用仪, 美国安捷伦公司; XMT-100C 智能恒温培养箱, 天津市泰斯特仪器有限公司; BCD-649WE 冷藏箱, 青岛海尔特种电器有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 橄榄果酒生产工艺流程

青橄榄→分选→脱苦涩→去皮、去核、打浆→成分调整→活化酵母→接种→主发酵→倒罐→后发酵→陈酿→过滤澄清→灭菌→成品

1.3.2 工艺操作要点

原料预处理: 挑选成熟度较高的青橄榄果, 清水洗净后的橄榄置于 1% NaOH 溶液中浸泡 21 h, 除去苦涩^[10]; 再次冲洗后剥皮、去核。按果肉与水质量比为 1:3 的比例混合制得果浆后, 加入 85 mg/L 偏重亚硫酸钾以杀死果浆中的杂菌; 然后再加入果胶酶增大果子的出汁率及增强果浆的澄清度^[11]。

酵母活化: 配制 4% 葡萄糖溶液, 加入 5 g 活性干酵母于 250 mL 烧杯, 35 °C 水浴活化 1~2 h^[12]。

成分调整: 向橄榄果浆中加入适量白砂糖以使其发酵的糖度在 20 整 Bx~22 整 Bx 之间, 加入柠檬酸调节 pH 至 4.0~4.5 之间, 使酵母在适宜的环境中生长。

主发酵: 将种子液按 8%~10% 的比例加入发酵液中, 摇匀, 密封, 静置发酵, 温度控制在 28~30 °C。发酵期间, 每天测定糖度和酒精度。

后发酵: 主发酵完成后, 将发酵液过滤倒罐后置于阴凉通风处 (15~20 °C) 进行后发酵 8 d 左右。

灭菌、陈酿: 发酵结束的橄榄果酒过滤后密封, 65 °C 杀菌 30 min 后冷却至室温, 静置, 进行陈酿。

澄清: 采用自然澄清法, 将陈酿后的橄榄果酒上清液转移到新的容器, 灌装。

1.3.3 试验设计^[13]

1.3.3.1 单因素试验

在基础工艺流程上, 分别设酵母接种量为 6%、7%、8%、9%、10%; 初始糖度为 18、20、22、24 °Bx; 发酵温度为 26、28、30、32 °C; 发酵时间为 6、7、8、9、10 d; 初始 pH 为 3.5、4.0、4.5、5.0、5.5, 以橄榄果酒的酒精度、总糖、总酸含量为检测标准, 并结合感官评定, 探讨各因素对橄榄果酒品质的影响。

1.3.3.2 正交试验

表 1 正交试验因素与水平

Table 1 Factors and levels of orthogonal experiments

水平	A 酵母接种量/%	B 初始糖度/°Bx	C 发酵时间/d
1	7	22	7
2	8	23	8
3	9	24	9

基于单因素试验结果, 选择酵母接种量、初始糖度、发酵时间三个影响较大的因素设计 $L_9(3^4)$ 正交试验 (表 1), 进一步优化橄榄果酒发酵工艺, 找到橄榄果酒的最佳发酵条件。

表2 橄榄果酒感官评定标准

Table 2 Olive fruit drink sensory assessment standards

感官	评定标准	得分
色泽 (30分)	澄清, 透明, 有光泽呈金黄色	30分
	澄清, 透明; 呈金黄色	25~29分
	澄清, 透明; 呈金黄色	20~24分
	浑浊, 失光或人工着色	<20分
香气 (30分)	橄榄香、酒香舒适, 香气浓郁, 协调悦人	30分
	橄榄香突出、酒香良好	25~29分
	酒香稍淡, 橄榄果香不浓郁, 无异味	20~24分
	酒香不足, 有刺激性气味	<20分
滋味 (40分)	酒体丰满, 有新鲜感, 酸涩适中	40分
	酒质柔和, 酸涩适中	33~39分
	酒体单薄, 以酸味为主, 回味较涩	26~32分
	酒体寡淡, 不协调, 无滋味	<25分

1.3.4 测定方法

1.3.4.1 果酒理化指标的测定

酒精度、总酸和还原糖的测定均参考 GB/T 15038-2006《葡萄酒、果酒通用试验方法》^[14]。

1.3.4.2 果酒香气成分测定

固相微萃取: 量取 5 mL 样品于顶空瓶中, 将顶空瓶放入全自动固相微萃取仪中, 55 °C 平衡 10 min 后再萃取 30 min, 随后手动进样, 于 230 度的进样口中解吸 5 min。

气相色谱 (GC) 条件: DB-WAX 60.0 m 入全自动固相微萃取仪中, μm 毛细管色谱柱, 进样口温度 230 谱, 不分流, 程序升温: 40 流保持 1 min, 5 min 程序升到 200 n 保持 2 min, 再以 15 in 程序 n 升到 230 n 保持 5 min, 载气: 99.999% 氦气, 载气流速: 1 mL/min。

质谱 (MS) 条件: 电离电压 70 eV, 离子源温度为 230 温, 四级杆温度为 150 温, 电离方式为 EI, 质量扫描范围为 20~500 u, 溶剂延迟 3 min。

1.3.4.3 果酒的感官评价

参考类似果酒质量标准及文献^[15], 制定橄榄果酒感官质量标准, 如表 2 所示。

1.3.4.4 数据处理

通过 GC-MS 分析检测橄榄果酒风味物质总离子流色谱图, 采用数据分析软件和 NIST8.0 谱库检索及相关文献分析, 对相应的风味物质成分进行鉴定。利用 SPSS 软件对数据进行方差分析, 数值以平均值±标准偏差表示。

2 结果与讨论

2.1 单因素试验

2.1.1 酵母接种量对橄榄果酒品质的影响

在发酵过程中, 酵母接种量对菌种的发酵起调节作用, 低接种量影响酒精产量, 且易造成菌种不良的生长环境, 而过高的接种量则会致使代谢产物积累, 影响酒体风味^[16]。因此, 有必要考察酵母接种量对橄榄果酒品质的影响, 其结果见图 1。

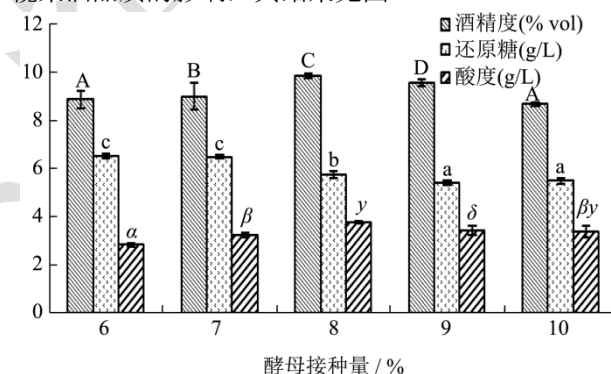


图1 酵母接种量对酒精度、还原糖、酸度的影响

Fig.1 Effects of yeast inoculations for alcohol, reducing sugar, acidity

注: 同列不同小写字母表示 $p < 0.05$ 的显著性差异。图 2~5 同。

由图 1 可知, 随着酵母接种量的增加, 橄榄果酒的酒精度、酸度呈先增后降的趋势, 还原糖含量呈先降后增趋势。当酵母量为 6% 时, 发酵程度不完全, 还原糖量消耗较少, 含量为 6.48 g/L, 酒精度只有 (8.35±0.45) % vol 左右, 随着酵母接种量的增加, 酒精发酵状况好, 酒精度最高达到 9.85% vol, 还原糖含量降低, 随着酵母接种量继续增加, 酒精度不升反降, 还原糖维持在 5.46 g/L 范围内, 酸度也略微降低。酵母接种量较少时, 酵母得到充分发酵, 糖分充足, 故酵母量增加时, 酒精度相应上升; 当酵母接种量饱

和, 发酵液中糖分主要用于满足酵母的生存而未被转换成酒精, 糖未充分反应, CO₂ 产生的量少, 故在接种量>8%时, 酒精度、酸度都有所降低。结合感官评定, 接种量为 8%的酒液味略酸涩、带有苦味、回甘, 酒体丰满, 感官分数最高, 得 83.43 味略酸涩、分。综合上述试验结果确定最佳酵母接种量为 8%。

2.1.2 初始糖度对橄榄果酒品质的影响

初始糖度的大小直接影响到橄榄的酒精度高低, 同时对风味也有较大影响^[17]。调整不同的初始糖度, 以提高酒质, 改善风味, 初始糖度对橄榄果酒品质的影响结果见图 2。

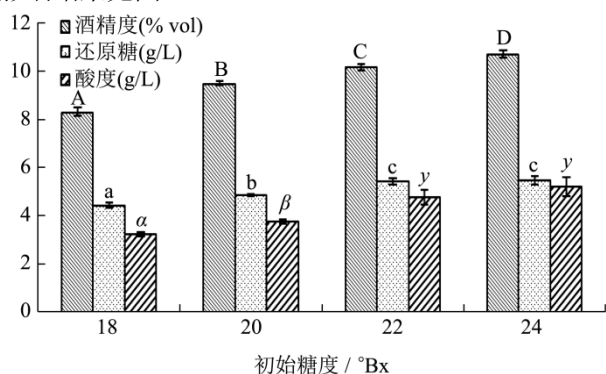


图 2 初始糖度对酒精度、还原糖、酸度的影响

Fig.2 Effect of initial sugar for alcohol, reducing sugar, acidity

由图 2 可知, 随着初始糖度的增加酒精度、还原糖、酸度呈逐渐上升趋势。初始糖度的大小对橄榄果酒酒精度有较大影响; 初始糖度为 22 °Bx 时, 酵母生长代谢速度最快, 酒精度达到 10.15% vol, 而随着初始糖度的继续增加, 高浓度的糖导致酵母菌的活性降低, 酵母生长代谢速度下降。感官评价方面, 初始糖度过高时, 口感下降, 初始糖度为 22 °Bx 时, 酒液酸涩适中, 酒香浓郁, 酒液橙黄色, 后味略淡, 得 79.27 分, 口感最佳, 故确定最佳初始糖度为 22 °Bx。

2.1.3 发酵温度对橄榄果酒品质的影响

发酵温度是影响酵母菌细胞生长、酒精产量及能耗的重要因素^[18], 故有必要对发酵温度适宜范围进行考察, 发酵温度对橄榄果酒品质的影响结果见图 3。

由图 3 可知, 随着发酵温度的上升酒精度、酸度、还原糖量在发酵温度 26~28 °C 之间趋于稳定, 酒精度也维持在 10.15% vol 左右, 而发酵温度高于 28 °C 时还原糖含量、酸度变化较大, 口感较差, 分析其原因, 26~28 °C 是酵母生长代谢的较佳温度, 过高的温度会使酵母受到影响, 从而降低口感; 发酵温度变化对风味有一定影响, 较低温度下, 橄榄果酒风味儿平淡, 分析其原因, 较低温度时酵母繁殖不旺盛, 对口感影响较大; 发酵温度为 28 °C 时, 酒液微酸略涩, 果香味儿浓厚有酒香, 酒液微黄清澈, 后味淡, 口感最佳,

得 73.42 分; 而温度高于 28 °C 时酵母繁殖过于旺盛, 造成酒液浑浊, 酒质粗糙。故确定最佳发酵温度为 28 °C。

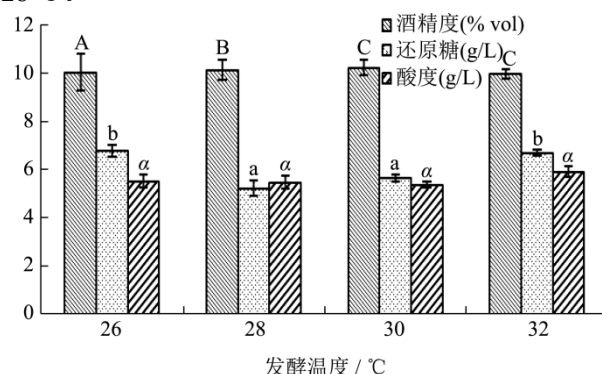


图 3 发酵温度对酒精度、还原糖、酸度的影响

Fig.3 Effects of fermentation temperature for alcohol, reducing sugar, acidity

2.1.4 发酵时间对橄榄果酒品质的影响

发酵时间的长短是影响酒精发酵是否完全与果酒品质及口感的重要因素^[19], 发酵时间对橄榄果酒品质的影响见图 4。

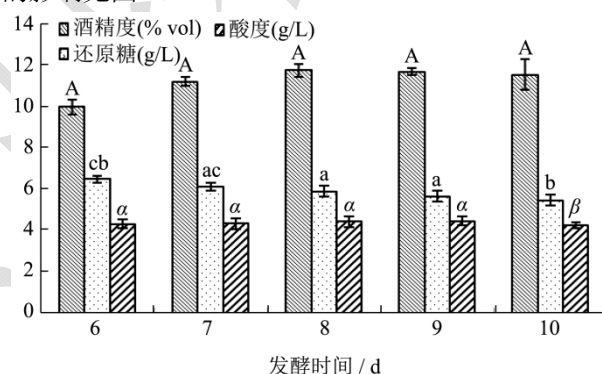


图 4 发酵时间对酒精度、还原糖、酸度的影响

Fig.4 Effects of fermentation time for alcohol, reducing sugar, acidity

由图 4 可知, 随着发酵时间的延长, 酒精度呈先上升后趋于稳定趋势, 还原糖量呈平缓下降趋势, 酸度呈逐渐上升趋势。发酵到 7 d 时酒精度达到最大值, 为 11.74% vol, 随着发酵时间的增加, 酸度、还原糖量略降低, 发酵时间继续增加, 大部分糖被消耗, 酒液中融入部分 CO₂, 故酸度略升高, 还原糖量略降低; 风味方面, 发酵时间为 7 d 时酒液味略苦涩, 酒液暗黄稍浑浊, 后味较淡, 得 74.44 味酸分, 发酵 8 d 时酒液酸涩适中, 酒香浓郁, 酒液微黄, 得 79.45 分, 发酵时间为 9 d 时, 酒液甜味不足, 涩味明显, 得 73.25 液甜分, 可能是由于发酵时间过长, 酵母菌的自溶现象对橄榄果酒的风味造成较大影响。综合上述试验结果确定最佳发酵时间为 8 d。

2.1.5 初始 pH 对橄榄果酒品质的影响

酵母体内酶的活性与发酵液的酸碱程度有关，其影响酵母的生长代谢过程，适宜的 pH 范围能更加有利于形成良好的酵母生长环境^[20]，初始 pH 对橄榄果酒品质的影响结果见 5。

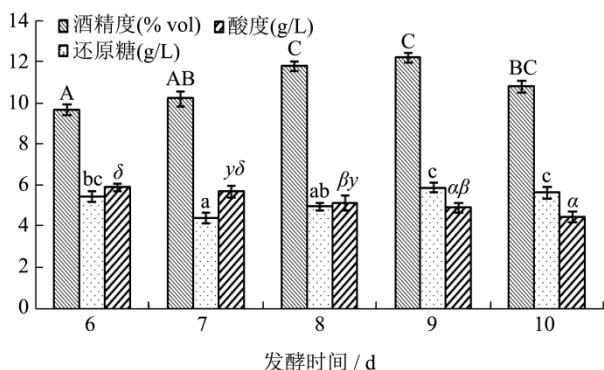


图 5 初始 pH 对酒精度、还原糖、酸度的影响

Fig.5 Effects of initial pH for alcohol, reducing sugar, acidity

由图 5 可知，初始 pH 值较低或较高时，酒精度、还原糖量较低，pH 较高或较低时酵母的代谢会受到抑制，导致酵母体内酶活性降低，影响代谢，此时，发酵液中的还原糖未被有效转化，含糖量达 6.86 g/L，处于较高水平。感官方面，初始 pH<4.0 时，酒液略苦酸涩，初始 pH 为 4.0 时，酒液香醇回甘，酒体丰满，口感最佳，得 79.00 分，而初始 pH>4.0 时，成品酒色泽暗淡，口感酸涩。综合上述试验结果确定最佳 pH 值为 4.0。

2.2 正交试验

在单因素试验的基础上，设计 L₉(3⁴) 正交实验，以橄榄果酒的酒精度为参考指标，固定发酵温度为 28 °C，初始 pH 为 4.0，选择了酵母接种量、初始糖度、发酵时间为考察因素，研究其对橄榄果酒品质的影响，结合感官评定确定最佳橄榄果酒发酵工艺条件，结果见表 3。

由表 3 可知，酒精度极差分析为 R_C>R_B>R_A，感官评分极差分析为 R_B>R_C>R_A，即对橄榄果酒酒精度影响主次顺序为：发酵时间>初始糖度>酵母接种量，对感官影响主次顺序为：初始糖度>发酵时间>酵母接种量。综合酒精度、感官分数得到试验最优组合为 A₁B₂C₃，即：发酵时间 9 d，初始糖度 22 °Bx，酵母接种量 7%。

2.3 验证试验

通过单因素试验和正交试验得出，橄榄果酒最佳发酵工艺条件为发酵时间 9 d，初始糖度 22 °Bx，酵母接种量为 7%，初始 pH 值 4.0，发酵温度 28 °C。按照此最佳工艺条件进行验证并测定相应指标。结果表明，在该工艺条件下，橄榄果酒的酒精度为 12.20% vol，含糖量为 5.26 g/L，总酸为 5.46 g/L，成品酒酸涩适中回苦，酒香浓厚，酒液微黄较透亮，后味清淡，感官分数为 85.33 分。

表 3 发酵工艺条件优化正交试验结果与分析

Table 3 Results and analysis of orthogonal experiments for fermentation technology optimization

试验编号	A(酵母接种量/%)	B(初始糖度/°Bx)	C(发酵时间/d)	D(空白)	x(感官评分)	y(酒精度/% vol)
1	1	1	1	1	64.28±0.77	9.44±0.33
2	1	2	2	2	79.36±0.62	11.42±0.45
3	1	3	3	3	75.00±0.43	11.42±0.36
4	2	1	2	3	67.25±0.79	10.44±0.21
5	2	2	3	1	82.55±0.77	12.33±0.38
6	2	3	1	2	65.56±0.87	9.42±0.47
7	3	1	3	2	69.58±0.66	10.23±0.45
8	3	2	1	3	71.73±0.44	10.42±0.39
9	3	3	2	1	73.65±0.45	11.37±0.45
K _{x1}	72.667	66.667	66.667	73.333	T _x =645	T _y =96.1
K _{x2}	71.333	77.333	73.000	71.000		
K _{x3}	71.000	71.000	75.333	71.000		
R _x	1.667	10.666	8.666	2.000		
K _{y1}	10.733	10.000	9.733	10.967		
K _{y2}	10.700	11.367	11.000	10.333		
K _{y3}	10.600	10.667	11.300	10.733		
R _y	0.133	1.367	1.567	0.634		

表4 橄榄果酒中的香味成分及相对含量

Table 4 Flavor content and relative content of olive fruit wine

序号	保留时间/min	化合物		相对含量/%
		中文名	英文名	
1	3.812	L-丙氨酸	Alanine	1.15
2	6.192	乙酸乙酯	Ethyl Acetate	0.28
3	6.362	乙醇酸	Acetic acid, hydroxy-	0.22
4	7.044	乙醇	Ethyl alcohol	32.33
5	8.591	乙酸异丁酯	Acetic acid, 2-methylpropyl ester	0.10
6	8.863	蒎烯	1R- α -Pinene	0.09
7	9.201	正丙醇	1-Propanol	0.09
8	10.041	乙酸丁酯	Acetic acid, butyl ester	15.37
9	10.500	异丁醇	1-Propanol, 2-methyl-	0.64
10	11.002	β -蒎烯	.beta.-Pinene	0.09
11	11.334	乙酸异戊酯	1-Butanol, 3-methyl-, acetate	0.36
12	11.848	丙酸丁酯	Propanoic acid, butyl ester	0.09
13	12.234	(1R)-(+)-反式-异柠檬烯	Cyclohexene, 3-methyl-6-(1-methylethylidene)-	0.02
14	13.660	异戊醇	1-Butanol, 3-methyl-	8.12
15	13.987	丁酸丁酯	Butanoic acid, butyl ester	0.07
16	14.397	正己酸乙酯	Hexanoic acid, ethyl ester	0.10
17	15.400	苄氧基溴	Benzoyl bromide	0.08
18	16.530	十二甲基环六硅氧烷	Cyclohexasiloxane, dodecamethyl-	0.03
19	16.965	(S)-(+)-3-甲基-戊醇	(S)-(+)-3-Methyl-1-pentanol	0.02
20	18.844	十四烷	Tetradecane	0.07
21	19.865	辛酸乙酯	Octanoic acid, ethyl ester	0.71
22	20.518	己酸异戊酯	Isopentylhexanoate	0.10
23	20.651	(-)-A-萜澄茄油烯	α -Cubebene	0.07
24	21.442	正十五烷	Pentadecane	0.18
25	21.624	α -蒎烯	Copaene	0.15
26	22.862	辛酸庚酯	Heptylcaprylate	0.06
27	23.738	β -榄香烯	Cyclohexane, 1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-, [1S-(1.alpha.,2.beta.,4.beta.)]-	0.03
28	23.920	1-十六烯	Hexadecane	0.14
29	24.324	α -律草烯	Caryophyllene	1.90
30	24.627	2-糠酸乙酯	2-Furancarboxylic acid, ethyl este	0.03
31	24.959	癸酸乙酯	Decanoic acid, ethyl ester	5.28
32	25.207	2-环己烯醇	2-Cyclohexen-1-ol	0.07
33	25.454	辛酸异戊酯	Octanoic acid, 3-methylbutyl ester	0.64
34	25.823	苯甲酸乙酯	Benzoic acid, ethyl ester	0.89
35	26.451	A-松油脂	p-menth-1-en-8-ol	0.58
36	26.608	(+)-喇叭烯	1H-Cycloprop[e]azulene, 1a,2,3,5,6,7,7a,7b-octahydro-1,1,4,7-tetramethyl-, [1aR-(1a.alpha.,7.alpha.,7a.beta.,7b.alpha.)]-	0.08
37	26.892	3-甲硫基丙醇	1-Propanol, 3-(methylthio)-	0.04

转下页

接上页				
38	27.219	β -紫罗兰酮	3-Buten-2-one,4-(2,6,6-trimethyl-1-cyclohexen-1-yl)-, (E)-	0.08
39	27.641	癸酸异丁酯	n-Capric acid isobutyl ester	0.13
40	27.931	萘品油烯	Naphthalene,1,2,3,5,6,8a-hexahydro-4,7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-,(1S-cis)-	0.27
41	28.215	-	1,6,10-Dodecatriene-3-carboxylic acid, methyl ester	0.03
42	28.342	2(5H)-噻吩	2(5H)-Thiophenone	0.05
43	28.536	2-氨基噻吩	Aminothiazole	0.06
44	28.735	2-甲基四氢噻吩	Thiophene, tetrahydro-2-methyl-	0.09
45	28.947	1,2-亚甲基双氧-4-硝基苯	1,3-Benzodioxole, 5-nitro-	0.04
46	29.152	乙酸苯乙酯	Acetic acid, 2-phenylethyl ester	3.42
47	29.581	月桂酸乙酯	Dodecanoic acid, ethyl ester	3.67
48	30.004	癸酸异戊酯	Pentadecanoic acid, 3-methylbutylester	0.88
49	30.499	环氧柏木烷	Cedranoxide,8,14-	0.05
50	31.200	苯乙醇	Phenylethyl Alcohol	13.11
51	31.460	P-伞花烃	Benzene,1-methyl-3-[(1-methylethylidene) cyclopropyl]-	0.15
52	31.883	3-甲基-4-(2,6,6-三甲基-1-环己烯-1-基)-3-丁烯-2-酮	3-Buten-2-one,4-(2,6,6-trimethyl-1-cyclohexen-1-yl)-	0.13
53	32.294	丁酸苯乙酯	beta.-Phenylethyl butyrate	0.03
54	32.481	甲基次磷酸乙酯	Ethoxy (methyl) chlorosilane	0.02
55	33.037	石竹素	Caryophyllene oxide	0.15
56	33.254	-	Bicyclo[5.1.0]octane,8-(1-methylethylidene)-	0.05
57	33.581	橙花叔醇	Nerolidol 1	0.03
58	33.816	十四酸乙酯	Tetradecanoic acid, ethyl ester	0.21
59	34.209	十二烷酸-3-甲基丁酯	Isoamylaurate	0.78
60	34.590	(+)- α -长叶蒎烯	Tricyclo[5.4.0.0(2,8)]undec-9-ene,2,6,6,9-tetramethyl-	0.29
61	35.019	杜香醇	Ledol	0.18
62	36.239	5-羟基吲哚-2-甲酸	5-Hydroxy-2-indolecarboxylic acid	0.07
63	36.348	2-十一醇	2-Undecanol	0.02
64	36.529	己酸-2-苯乙酯	Hexanoic acid, 2-phenylethyl ester	0.53
65	37.019	白菖烯	1H-Cyclopropa[a]naphthalene,1a,2,3,5,6,7,7a,7b-octahydro-1,1,7,7a-tetramethyl-,[1aR-(1a.alpha.,7.alpha.,7a.alpha.,7b.alpha.)]-	0.08
66	37.514	4-异丙-1,6-二甲萘	Naphthalene,1,6-dimethyl-4-(1-methylethyl)-	0.14
67	37.707	软质酸乙酯	Hexadecanoic acid, ethyl ester	1.28
68	38.179	顺-9-十六碳烯酸乙酯	Ethyl 9-hexadecenoate	1.71
69	38.547	2,5-二叔丁基酚	Phenol, 2,5-bis(1,1-dimethylethyl)	0.15
70	38.753	-	10,10-Dimethyl-2,6-dimethylenebicyclo[7.2.0]undecan-5.beta.-ol	0.32
71	39.381	八甘醇	Octaethylene glycol	0.26
72	39.719	3-十二烷醇	Triethylene glycol monododecyl eth	0.17
73	40.130	辛酸-2-苯乙酯	Octanoic acid, 2-phenylethyl ester	0.99
74	41.387	四乙二醇丁醚	3,6,9,12-Tetraoxahexadecan-1-ol	0.10

2.4 橄榄果酒香味成分分析结果

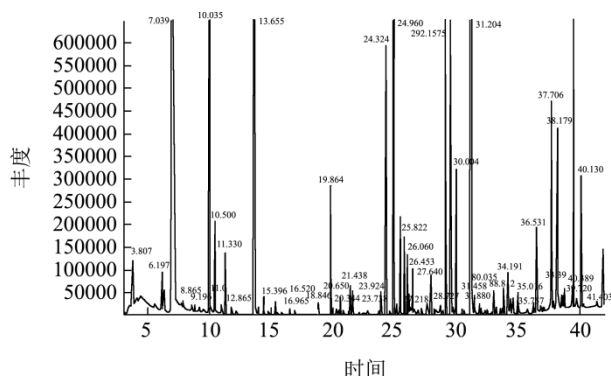


图6 橄榄果酒香味物质成分的总离子流图

Fig.6 Total ion flow map of the content of the flavored substance of olive fruit wine

利用 GC-MS 联用法对橄榄果酒的香味物质进行检测, 香味物质成分的总离子流图见图 6, 各香味成分鉴定结果见表 4。

由表 4 可知, 通过 SPME-GC-MS 分析, 橄榄果酒中共检测出 74 种挥发性风味成分, 其中包含醇类 13 种、酯类 26 种、烯类 12 种、烷类 4 种、酚类 1 种、醚类 1 种, 其他 17 种, 其相对含量分别占 54.62%、37.83%、3.266%、0.36%、0.32%、3.58%。醇类、酯类物质相对含量最高, 总占比达 92.45%, 乙酸丁酯、苯乙醇、异戊醇、癸酸乙酯、月桂酸乙酯及乙酸苯乙酯等构成了橄榄果酒的主体香味成分, 主要影响了成品酒的特征风味, 酯类物质中, 乙酸丁酯含量最高占比达 15.37%, 乙酸丁酯提供了愉快果香气味, 其次为癸酸乙酯, 相对含量为 5.28%, 癸酸乙酯具有椰子香, 基本确定了果酒的水果香味^[21]。烯类物质共检测出 12 种, 对比其他报道, 田学梅等^[14]研制的生姜梨酒中共检测出 24 种香味成分, 乙酸乙酯、己酸乙酯、癸酸乙酯等众多挥发性酯类组成了其风味主体; 左勇等^[22]酿造的桑椹果酒共检测出 33 种香味成分, 保证了桑椹果酒的品质; 郑淑丹等^[23]研制的脐橙果酒的香气活性成分主要为萜烯类, D-柠檬烯和里哪醇被视为脐橙酒的特征香气成分。邓龙等^[24]对 8 种市售橄榄油挥发性成分进行鉴定, 检测出了 α -蒎烯等物质; 马腾臻^[25]酿造的油橄榄酒鉴定了 14 种萜烯类香气成分, 其中 β -蒎烯具有松木、树脂香味, 但未对酿造工艺及口感进一步探究。本研究所酿造的橄榄果酒中挥发性香味成分多达 74 种, 酯类达 26 种, 占比为 37.83%, 多种风味物质构成了橄榄果酒特有的香味属性, α -律草烯、 α -蒎烯等物质在橄榄产品中均有所发现, 生姜梨酒、桑椹果酒、脐橙果酒等其他果酒产品中少见报道, α -律草烯、 α -蒎烯、 β -榄香烯等物质对滋味有显著贡献

作用, 使成品酒风格突出, 口感独特^[26]。此外, 萜烯类化合物具有重要的生理活性, 是研究天然产物和开发新药的重要来源^[27]。结合工艺优化赋予了橄榄果酒独特的口感及药理价值, 为橄榄产业的发展提供了新途径。

3 结论

本研究通过单因素和正交试验, 确定了橄榄果酒较优的发酵工艺条件为: 酵母接种量 7%, 初始糖度 22 °Bx, 发酵时间 9 d, 发酵温度 28 °C, 初始 pH 值 4.0。在此条件下生产的橄榄果酒酒精度达到 (12.20±2.20)% vol, 含糖量 5.26 g/L, 酸度 5.46 g/L, 感官分数达 85.33±5.33 分。成品酒酸涩适中, 酒香浓厚, 酒体微黄较透亮, 后味清爽, 其指标符合发酵果酒的各项卫生生产标准。经过 GC-MS 分析, 初步检测出橄榄果酒中含有 74 种香味物质, 醇类、酯类物质相对含量最高, 总占比达 92.45%, 乙酸丁酯、苯乙醇、异戊醇、癸酸乙酯、月桂酸乙酯、乙酸苯乙酯等构成了橄榄果酒的主体香味成分。 α -律草烯、 α -蒎烯、 β -榄香烯等物质对滋味有显著贡献作用, 使成品酒风格突出, 赋予了橄榄果酒独特的口感及药理价值, 为橄榄产业的发展提供了新方向。

参考文献

- [1] 贾佩琰. 冬清肺火用橄榄[J]. 家庭中医药, 2018, 1: 70-71
JIA Pei-yan. Fire olive for clearing lung in winter [J]. Family Traditional Chinese Medicine, 2018, 1: 70-71
- [2] 杨洛萍. 青果化学成分及其抗病毒活性研究[D]. 广州: 南方医科大学, 2018
YANG Luo-ping. Study on chemical constituents and antiviral activity of Qingguo [D]. Guangzhou: Southern Medical University, 2018
- [3] Nuray Yazihan, Sevginur Akdas, Yusuf Olgar, et al. Olive oil attenuates oxidative damage by improving mitochondrial functions in human keratinocytes [J]. Journal of Functional Foods, 2020, 71: 104008
- [4] Sabrina L Roberti, Romina Higa, Hugo Sato, et al. Olive oil supplementation prevents extracellular matrix deposition and reduces prooxidant markers and apoptosis in the offspring's heart of diabetic rats [J]. Reproductive Toxicology, 2020, 95: 137-147
- [5] Omar Bouaouine, Isabelle Bourven, Fouad Khalil, et al. Reuse of olive mill wastewater as a bioflocculant for water treatment processes [J]. Journal of Cleaner Production, 2020, 246(10): 119031-119039

- [6] 吴倩,余元善,刘淑娟,等.橄榄多酚氧化酶和过氧化物酶的抑制剂筛选及其热失活动力学[J].现代食品科技,2019,35(2):157-162
WU Qian, YU Yuan-shan, LIU Shu-mei, et al. Screening of inhibitors of polyphenol oxidase and peroxidase from olive and their heat inactivation mechanics [J]. Modern Food Science and Technology, 2019, 35 (2): 157-162
- [7] Reena Machamangalath, Chetan Arekar, S S Lele. Exotic tropical fruit wines from *Garcinia indica* and *Musa acuminata* [J]. Journal of the Institute of Brewing, 2016, 122(4): 745-753
- [8] Komeine Nantanga, Veikko Uahengo, Nielaas Gariseb. Influence of fruits and fermentation time on ethanol and congener production in ombike spirit in Namibia [J]. Journal of the American Society of Brewing Chemists, 2018, 76(4): 281-286
- [9] K S Venu Gopal, K A Anu-Appaiah. Seed incorporation during vinification and its impact on chemical and organoleptic properties in *Syzygium cumini* wine [J]. Food Chemistry, 2017, 237(15): 693-700
- [10] 谢普军,黄立新,张彩虹,等.碱水解橄榄苦苷制备羟基酪醇及其抗氧化活性研究[J].中草药,2013,44(15):2075-2078
XIE Pu-jun, HUANG Li-xin, ZHANG Cai-hong, et al. Preparation of hydroxytyrosol by alkaline hydrolysis of oleuropein and its antioxidant activity [J]. Chinese Herbal Medicine, 2013, 44 (15): 2075-2078
- [11] Teodora Emilia Coldea, Carmen Socaciu, Elena Mudura, et al. Volatile and phenolic profiles of traditional Romanian apple brandy after rapid ageing with different wood chips [J]. Food Chemistry, 2020, 320: 126643
- [12] 李晓欢,何宏魁,李冬冬,等.高耐受酿酒酵母的筛选及酵母曲制备工艺的优化[J].酿酒科技,2020,120(2):110-115
LI Xiao-huan, HE Hong-kui, LI Dong-dong, et al. Screening of high tolerance *Saccharomyces cerevisiae* and optimization of yeast koji preparation process [J]. Brewing Technology, 2020, 120 (2): 110-115
- [13] 陈智理,杨昌鹏,郭静婕,等.果胶酶处理对香蕉菠萝复合果酒得率和澄清度的影响[J].食品研究与开发,2010,31(12):23-26
CHEN Zhi-li, YANG Chang-peng, GUO Jing-jie, et al. Effect of pectinase treatment on Yield and clarity of banana pineapple compound fruit wine [J]. Food Research and Development, 2010, 31 (12): 23-26
- [14] GB/T 15038-1994,葡萄酒、果酒通用试验方法[S].
GB/T 15038-1994, General Test Method for Wine and Fruit Wine [S]
- [15] 田学梅,邓杰,钟姝霞,等.生姜梨酒的研制及香味成分分析[J].中国酿造,2018,37(3):177-179
TIAN Xue-mei, DENG Jie, ZHONG Shu-xia, et al. Development of ginger pear wine and analysis of its aroma components [J]. Brewing in China, 2018, 37(3): 177-179
- [16] 李文青,罗凤莲,曾希珂,等.多菌种接种发酵生产低盐剁辣椒的工艺优化[J].现代食品科技,2019,35(1):212-220
LI Wen-qing, LUO Feng-lian, ZENG Xi-ke, et al. Process optimization of low salt chopped pepper production by multi strain fermentation [J]. Modern Food Technology, 2019, 35 (1): 212-220
- [17] 张阳,江璐,郭志君,等.利用 β -葡萄糖苷酶提高葡萄酒香气的研究进展[J].现代食品科技,2020,36(4):316-324
ZHANG Yang, JIANG Lu, GUO Zhi-jun, et al. Research progress in improving wine aroma by β -glucosidase [J]. Modern Food Technology, 2020, 36 (4): 316-324
- [18] Vassilios Ganatsios, Antonia Terpou, Angielika-Ioanna Gialleli, et al. A ready-to-use freeze-dried juice and immobilized yeast mixture for low temperature sour cherry (*Prunus cerasus*) wine making [J]. Food and Bioprocess Technology, 2019, 117: 373-379
- [19] 杨国强,韩琳,蔡倪,等.红心猕猴桃蒸馏果酒风味物质分析及研究[J].酿酒科技,2020(06):50-55
YANG Guo-qiang, HAN Lin, CAI Ni, et al. Analysis and Research on flavor substances of red heart kiwi fruit wine distilled [J]. Brewing Technology, 2020 (06): 50-55
- [20] 党翠红.低度海红果酒酿造工艺研究[D].西安:陕西科技大学,2015
DANG Cui-hong. Study on the brewing technology of low-grade Haihong fruit wine [D]. Xi'an: Shanxi University of Science and Technology, 2015
- [21] Keshav Kumar, Anja Giehl, Ralf Schweiggert, et al. Multidimensional scaling assisted Fourier-transform infrared spectroscopic analysis of fruit wine samples: introducing a novel analytical approach [J]. Analytical Methods, 2019, 11(32): 4106-4115
- [22] 左勇,陈静,张晶,等.外源添加剂对桑椹果酒挥发酸及风味的影响[J/OL].食品与发酵工业:1-10[2020-09-16].
<https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802/ts.024029>
ZUO Yong, CHEN Jing, ZHANG Jing, et al. Effects of Exogenous Additives on volatile acid and flavor of mulberry wine [J/OL]. Food and Fermentation Industry: 1-10[2020-09-16].
<https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802/ts.024029>