

引用格式:

何琼, 林宇豪, 龙波, 刘兴艳, 陈君蕊, 陈劼, 陈安均. 响应面优化微波催陈无花果酒及其质量评价[J]. 湖南农业大学学报(自然科学版), 2023, 49(2): 241–250.

HE Q, LIN Y H, LONG B, LIU X Y, CHEN J R, CHEN J, CHEN A J. Response surface optimization for microwave aging fig wine and the quality evaluation for its products[J]. Journal of Hunan Agricultural University(Natural Sciences), 2023, 49(2): 241–250.

投稿网址: <http://xb.hunau.edu.cn>



响应面优化微波催陈无花果酒及其质量评价

何琼, 林宇豪, 龙波, 刘兴艳, 陈君蕊, 陈劼, 陈安均*

(四川农业大学食品学院, 四川 雅安 625000)

摘要: 以微波时间(0、2、5、10、20 min), 功率(0、200、400、600、800 W), 次数(0、1、2、3、4次)为单因素, 探究各因素对微波催陈无花果酒的影响; 在单因素试验基础上, 采用 Box-Behnken 响应面法优化催陈条件, 并以熵权法对各指标(无花果酒酯类物质、醇类物质和酸类物质的含量及感官得分)赋权值, 探索微波催陈无花果酒的最优条件。结果表明: 各因素对无花果酒风味和品质影响较大, 短时间的微波处理可提高其酯类物质含量, 随着微波处理时间的延长, 癸酸乙酯、E,E-10,12-十六烷-1-醇乙酸酯等消失, 而 8-十七碳烯酸甲酯和 9,12-庚二酸甲酯分别在微波处理 2、5 min 时被检出, 单一的延长并不能生成乙酸苯乙酯和棕榈酸乙酯等, 但增加微波处理的功率或次数时乙酸苯乙酯和棕榈酸乙酯等可被检出; 微波处理可提高苯乙醇含量, 降低甲醇和有机酸含量; 最佳微波催陈条件为微波功率 400 W、微波时间 2 min、微波 2 次, 在此条件下催陈的无花果酒酯类物质总量较未催陈的升高了 80.69%, 高级醇总量、甲醇含量和酸类物质总量分别下降了 25.32%、11.52%、6.20%, 感官得分上升了 10.39 分, 熵权法赋值后的综合得分为 69.73。可见, 微波催陈陈酿时间短, 本研究中所建立的模型能较好地拟合微波催陈无花果酒的条件, 催陈后的无花果酒酒体饱满不刺激。

关键词: 无花果; 果酒; 微波; 陈酿; 熵权法; 响应面法

中图分类号: TS262.7

文献标志码: A

文章编号: 1007-1032(2023)02-0241-10

Response surface optimization for microwave aging fig wine and the quality evaluation for its products

HE Qiong, LIN Yuhao, LONG Bo, LIU Xingyan, CHEN Junrui, CHEN Jie, CHEN Anjun*

(College of Food Science, Sichuan Agricultural University, Yaan, Sichuan 625000, China)

Abstract: The effect of microwave ageing on fig wine was investigated by single-factor test using of a group designed conditions including five microwave time, 0, 2, 5, 10 and 20 min, five power sets, 0, 200, 400, 600 and 800 W, and five set of times, 0, 1, 2, 3 and 4 times. Then, the Box-Behnken response surface method was used to optimize the aging conditions, and the entropy weighting method was used to evaluate the product wine by assigning weights to the studied indicators including content of esters, alcohols and acids and sensory scores of fig wine to find out the optimal conditions for the procedure. The results showed that all the studied factors had a strong influence on the flavor and quality of fig wine. The microwave treatment for a short time could increase its ester content, and with longer microwave treatment time, ethyl decanoate and E,E-10,12-hexadecan-1-ol acetate disappeared, but methyl 8-heptadecenoate and methyl 9,12-heptadecate were detected after microwave treatment for 2, 5 min, respectively. The treatment by single extension of microwave time was not able to produce phenethyl acetate and ethyl palmitate, etc., but when the power or number of microwave treatments was increased, phenethyl acetate and ethyl palmitate could be detected. The microwave treatment could increase the content of phenylethyl

收稿日期: 2021-11-23

修回日期: 2023-04-06

基金项目: 四川省产业技术体系创新团队项目(035-2012129249)

作者简介: 何琼(1996—), 女, 四川巴中人, 硕士研究生, 主要从事果酒酿造研究, 1559334063@qq.com; *通信作者, 陈安均, 博士, 教授, 主要从事果蔬贮藏与加工研究, anjunc003@163.com

alcohol and reduce the contents of methanol and organic acids. The optimum microwave aging conditions were 400 W, 2 min and 2 times. The total amount of esters increased by 80.69%, while the total amounts of higher alcohols, methanol and acids decreased by 25.32%, 11.52% and 6.20%, respectively, with the sensory score increased by 10.39 points. It was evident that optimized microwave aging time was short and the model developed in this study could fit well the conditions of microwave aging of fig wine yielding better full-bodied and non-irritating fig wine.

Keywords: fig; wine; microwave; aging; entropy weight method; response surface method

无花果(*Ficus carica* L.)为桑科(Moraceae)榕属(*Ficus*)多年生木本果树^[1]。无花果的新鲜果实皮薄而嫩,成熟时多汁而甜^[2],且富含矿物质、维生素、糖类、黄酮类等,还含有苯甲醛、补骨脂素、佛手柑内酯等活性物质成分^[3]。2020年中国无花果种植面积约为3031 hm²,产量为18 121 t^[4]。无花果因其采后难以贮藏而适合加工成无花果酒。无花果酒是将无花果破碎后利用酵母菌将糖转化为乙醇等产物,再经陈酿后成为酒质醇厚芳香、酒体清亮透明的果酒产品。无花果酒酿制后易出现醇类物质含量偏高的现象,酒体刺激而不够饱满,需要进行陈酿以促进酒体的饱满,而陈酿时间长、耗费高,限制了企业的生产能力。运用催陈技术加速无花果酒老熟,使其尽快达到最佳饮用期,在提高企业经济效益方面具有一定的实践意义和应用价值。

微波催陈可提高果酒质量并加速陈酿过程。微波催陈是在微波场中加速果酒醇化,促进乙醇分子和水分子之间的相互缔合。微波能转化为热能,微波刺激酒中分子内能增加,使化学反应速率加快,加速新酒的陈化^[5]。袁敏等^[6]研究表明,适宜的微波处理可提高枇杷果酒品质。刘晓艳等^[7]采用微波对柿子酒进行快速陈酿试验,经催陈后的柿子酒生涩味逐渐减少,刺激性减小,变得柔和饱满,感官分值增加,对柿子酒的品质有一定的改善作用。于立梅等^[8]发现,经微波催陈处理后的山竹果酒醇类物质含量略有降低,酯类物质含量略有升高,并生成乙酸己酯、松油醇、乙酸苯乙酯等新物质。笔者以醇类物质、酯类物质、酸类物质的含量和感官得分为主要评价指标,系统研究微波催陈无花果酒的条件,旨在为无花果酒工业化生产提供依据。

1 材料与方法

1.1 供试材料

新鲜无花果购自四川威远县,品种为布朗瑞克。酵母KD购自法国马丁威兰特公司。食品级蔗

糖购自雅安农贸市场;食品级焦亚硫酸钾购自浙江一诺生物科技有限公司。

1.2 方法

1.2.1 无花果酒酿制方法

参照蒋成等^[9]的方法并稍作修改。新鲜无花果经清洗后去梗打浆,用食品级焦亚硫酸钾将SO₂质量分数调为80 mg/kg,用蔗糖调整糖度为23 Brix;取800 mL无花果汁于1000 mL磨砂广口瓶中,接入0.03%酵母KD(酵母在5%糖水中于37℃条件下活化30 min),于20℃发酵15 d后进行倒罐;倒罐后于20℃继续后发酵10 d,分离酒脚即得到原酒;调整原酒SO₂质量分数为80 mg/kg,再将其转移至玻璃瓶中密封,于10℃避光处进行陈酿。

1.2.2 微波催陈处理

将1.2.1中得到的无花果酒进行单因素和响应面微波催陈试验。处理结束后测定基础理化指标、酯类物质、有机酸、醇类物质含量,并进行感官评价,以醇类、酯类、酸类物质含量及感官品质为判定指标,采用熵权法确定最优微波功率(A)、微波时间(B)和微波次数(C)及最优的组合方案。

1) 微波时间的确定。取250 mL无花果酒置于科学微波实验炉中进行处理。微波功率为400 W,微波1次,微波时间分别为0、2、5、10、20 min。处理后装入250 mL卡口玻璃瓶中,于10℃避光密封保存,15 d后进行指标测定。

2) 微波功率的确定。取250 mL无花果酒置于科学微波实验炉中进行处理。微波1次,微波时间为5 min,微波功率分别为0、200、400、600、800 W。处理后装入250 mL卡口玻璃瓶中,于10℃避光密封保存,15 d后进行指标测定。

3) 微波次数的确定。取250 mL无花果酒置于科学微波实验炉中进行处理。微波时间为5 min,微波功率为400 W,微波次数分别为0、1(第1天进行处理)、2(第1、5天进行处理)、3(第1、5、9

天处理)、4(第 1、5、9、13 天处理)次。处理后装入 250 mL 卡口玻璃瓶中,于 10 °C 避光密封保存,15 d 后进行指标测定。

4) 响应面试验。在单因素试验的基础上,设计 3 因素 3 水平(表 1)的响应面试验,对微波催陈工艺进行优化。

表1 响应面试验的因素及其水平

水平	微波时间(B)/min	微波功率(A)/W	微波次数(C)
-1	1	300	1
0	2	400	2
1	3	500	3

1.2.3 指标测定及评价

采用 GB/T 15038—2006《葡萄酒、果酒通用分析方法》^[10]测定总干浸出物、总酸含量。采用 GB 5009.225—2016《食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定》^[11]测定酒精度。参照 ZHU 等^[12]的方法,采用顶空固相微萃取结合气相色谱/质谱(Agilent Technologies 7890A/59750 气相色谱-质谱联用仪)联用法测定无花果酒中挥发性风味物质(酯类物质)含量。参照 GB/T 32783—2016^[13]并略作修改测定有机酸含量。参照蒋成等^[9]的方法,采用气相色谱/氢火焰离子检测器(Agilent Technologies 7890B 气相色谱仪)测定高级醇含量。采用 GB 5009.266—2016《食品安全国家标准 食品中甲醇的测定》^[14]测定甲醇含量。参照唐玲^[15]的方法对无花果酒感官品质进行评价。以所测指标为基础,采用熵权法^[16]筛选最高得分的无花果酒。

1.2.4 数据统计分析

运用 IBM SPSS Statistics 24 对数据进行显著性分析;采用 Origin 8.5 绘图。

2 结果与分析

2.1 无花果酒微波催陈单因素试验结果

2.1.1 微波催陈无花果酒的理化指标

不同微波处理的无花果酒的基础指标测定结果如表 2 所示。在微波时间处理组中,处理 20 min 时酒样的酒精度最低,酒精度随着微波处理时间的增加而减少;处理 2 min 的酒样总浸出物质量浓度最低,处理 10、20 min 时的酒样总浸出物质量浓度均较 0 min 时的显著上升,总浸出物质量浓度增加可能是由于微波处理使酒样温度升高,导致一些物质及水分的挥发逸出,使得总浸出物质量浓度有所上升;酒样的总酸为 4.06~4.17 g/L,处理 2、20 min 时酒样总酸质量浓度较 0 min 时的显著上升;处理 2 min 时的酒样感官得分最高。在微波功率处理组中,功率为 0 W 时酒精度较高,随着微波功率的增加酒精度逐渐降低,功率为 800 W 的酒精度较功率为 0 W 时降低了 0.5 个百分点;与 0 W 时相比,只有 200 W 时的酒样总浸出物质量浓度显著增加,其余处理的均无显著变化;随着微波功率的增加,200 W 处理的总酸含量较 0 W 时的略有上升,但继续增加功率后,总酸含量均较 200 W 时的显著下降;微波功率 400 W 的酒样感官得分最高。在微波次数处理组中,以处理 0 次的酒精度最高,处理 4 次的酒精度最低;与处理 0 次的相比,处理 3、4 次的总浸出物质量浓度显著上升,而处理 1、2 次的变化不显著;总酸质量浓度随处理次数的增加出现波动,与处理 0 次的相比,处理 2 次的总酸质量浓度显著上升,处理 4 次的总酸质量浓度显著下降;微波处理 2 次的无花果酒感官得分最高。

表2 无花果酒微波催陈单因素试验的基础指标

处理方式	酒精度/%	总干浸出物/(g L ⁻¹)	总酸/(g L ⁻¹)	感官得分
0 min	(12.38±0.03)a	(28.90±0.00)c	(4.11±0.02)b	(72.46±3.16)c
2 min	(12.33±0.04)a	(28.60±0.17)d	(4.17±0.03)a	(84.79±2.33)a
5 min	(11.95±0.02)b	(28.90±0.00)c	(4.10±0.01)b	(79.01±3.95)b
10 min	(11.97±0.02)b	(29.20±0.00)b	(4.06±0.02)c	(77.56±1.06)b
20 min	(11.52±0.01)c	(30.40±0.17)a	(4.16±0.01)a	(84.15±3.78)a
0 W	(12.38±0.03)a	(28.90±0.00)b	(4.11±0.02)ab	(72.46±3.16)c
200 W	(12.13±0.01)b	(29.70±0.00)a	(4.13±0.01)a	(80.75±3.72)b
400 W	(11.95±0.02)c	(28.90±0.00)b	(4.10±0.01)b	(84.79±2.33)a
600 W	(11.90±0.01)d	(28.90±0.00)b	(4.10±0.01)b	(80.75±3.50)b
800 W	(11.88±0.02)d	(28.83±0.12)b	(4.07±0.01)c	(82.03±2.57)ab

表2(续)

处理方式	酒精度/%	总干浸出物/(g L ⁻¹)	总酸/(g L ⁻¹)	感官得分
0次	(12.38±0.03)a	(28.90±0.00)b	(4.11±0.02)b	(72.46±3.16)d
1次	(11.95±0.02)c	(28.90±0.00)b	(4.10±0.01)b	(84.79±2.33)ab
2次	(12.18±0.02)b	(29.10±0.17)b	(4.15±0.02)a	(86.49±2.81)a
3次	(11.89±0.01)d	(29.60±0.17)a	(4.09±0.02)bc	(80.33±2.15)c
4次	(11.41±0.01)e	(29.80±0.35)a	(4.06±0.01)c	(82.66±1.56)bc

同列不同字母示同一因素处理组中处理间的差异有统计学意义($P<0.05$)。

2.1.2 微波催陈无花果酒的酯类物质含量

供试无花果酒共检测出 12 种酯类物质, 其中只有辛酸乙酯在各无花果酒均有检出, 如表 3 所示。在不同微波时间处理组中, 其酯类物质总质量浓度为 21 344.49 ~ 64 306.67 $\mu\text{g/L}$, 随着处理时间的增加, 酯类物质总量先显著上升, 微波处理 2 min 时达最高, 随后呈显著下降的趋势; 辛酸乙酯在微波处理 2、5 min 时较高, 最高可达 32 613.42 $\mu\text{g/L}$, 占其总酯类物质的 57.54%; 正己酸乙酯、乙酸异戊酯的质量浓度较高, 除微波处理 10 min 时的乙酸异戊酯质量浓度外, 二者的含量均随微波时间的增加而减少, 微波处理 20 min 时的较处理 0 min 时的分别下降了 50.63% 和 30.72%; 丁二酸二乙酯质量浓度先随微波时间增加而上升, 在微波处理 2 min 时达到最大值, 随后又呈下降的趋势; 癸酸乙酯质量浓度随微波时间增加而呈下降的趋势, 在微波时间

达 10 min 时无法检出; E,E-10,12-十六烷-1-醇乙酸酯、8-十七碳烯酸甲酯和 9,12-庚二酸甲酯则分别只在微波处理 0、2、5 min 时有检出。

不同微波次数处理组中, 其酯类物质总质量浓度为 25 227.50~56 680.11 $\mu\text{g/L}$, 微波处理 1 次时酯类物质总量最高, 随后随处理次数的增加, 酯类物质总量呈下降的趋势, 其中辛酸乙酯、丁二酸二乙酯、正己酸乙酯和乙酸异戊酯等 4 种酯类物质在各无花果酒中均有检出。辛酸乙酯质量浓度最高, 在微波处理 1 次时达到最高(32 613.42 $\mu\text{g/L}$); 丁二酸二乙酯质量浓度在微波处理 2 次时达到最高, 其较 0 次升高了 5.32%; 正己酸乙酯和乙酸异戊酯质量浓度在处理 0 次时最高, 其次是在微波处理 2 次时; 癸酸乙酯在微波处理 0、1、2 次时有检出, 且质量浓度随微波处理次数增加而显著下降; 乙基异戊基琥珀酸酯在微波处理 2、4 次时有检出; E,E-10,12-

表3 无花果酒微波催陈单因素试验的酯类物质含量

Table 3 Esters contents in fig wine by single factor experiment of microwave aging

处理方式	辛酸乙酯	癸酸乙酯	丁二酸二乙酯	正己酸乙酯	乙酸异戊酯	E,E-10,12-十六烷-1-醇乙酸酯
0 min	(16 793.03±208.30)b	(4409.18±60.06)a	(5108.57±73.40)a	(9380.62±311.17)a	(13 612.76±520.67)a	159.49±22.61
2 min	(32 058.25±1789.15)a	(4117.49±224.91)b	(5512.28±137.54)a	(8306.36±241.94)b	(12 845.37±193.27)a	—
5 min	(32 613.42±695.32)a	(3097.68±0.77)c	(5121.56±111.06)a	(6156.13±19.03)c	(9452.12±120.61)b	—
10 min	(7160.09±278.18)c	—	(4584.27±509.40)b	(5992.11±127.75)c	(9707.58±921.62)b	—
20 min	(3602.05±85.65)d	—	(4212.17±36.00)b	(4630.76±129.73)d	(8899.51±295.97)b	—
0次	(16 793.03±208.30)c	(4409.18±60.06)a	(5108.57±73.40)b	(9380.62±311.17)a	(13 612.76±520.67)a	159.49±22.61
1次	(32 613.42±695.32)a	(3097.68±0.77)b	(5121.56±111.06)b	(6156.13±19.03)c	(9452.12±120.61)c	—
2次	(21 249.70±822.05)b	(2177.53±49.32)c	(5395.79±80.02)a	(8576.79±53.54)b	(12 243.86±828.39)b	—
3次	(6760.05±311.87)d	—	(4651.01±29.24)c	(4793.04±36.90)d	(8130.30±13.75)d	—
4次	(7663.16±134.27)d	—	(4674.43±28.95)c	(4391.05±68.94)e	(7554.02±145.02)d	—
0 W	(16 793.03±208.30)b	(4409.18±60.06)a	(5108.57±73.40)b	(9380.62±311.17)a	(13 612.76±520.67)a	159.49±22.61
200 W	(8053.86±66.50)c	—	(5728.01±130.15)a	(5042.43±52.58)c	(9686.01±746.66)b	—
400 W	(32 613.42±695.32)a	(3097.68±0.77)b	(5121.56±111.06)b	(6156.13±19.03)b	(9452.12±120.61)b	—
600 W	(2385.25±79.30)e	—	(3615.46±50.75)c	(3890.70±121.33)d	(7769.69±532.08)c	—
800 W	(3877.35±81.50)d	—	—	—	—	—

表3(续)

μg/L

处理方式	8-十七碳 烯酸甲酯	9,12-庚二酸甲酯	乙基异戊基 琥珀酸酯	乙基 9-癸烯酸酯	乙酸苯乙酯	棕榈酸乙酯	酯类总量
0 min	—	—	—	—	—	—	(49 463.64±566.93)c
2 min	1466.91±10.48	—	—	—	—	—	(64 306.67±2071.19)a
5 min	—	239.20±10.66	—	—	—	—	(56 680.11±819.62)b
10 min	—	—	—	—	—	—	(27 444.05±4657.41)d
20 min	—	—	—	—	—	—	(21 344.49±206.90)e
0 次	—	—	—	—	—	—	(49 463.64±566.93)b
1 次	—	239.20±10.66	—	—	—	—	(56 680.11±819.62)a
2 次	—	—	(674.44±30.75)a	2870.77±35.38	—	—	(53 188.87±988.03)ab
3 次	—	—	—	—	2800.35±37.47	—	(27 134.75±5103.22)c
4 次	—	—	(607.33±34.80)b	—	—	337.5±37.37	(25 227.50±222.99)c
0 W	—	—	—	—	—	—	(49 463.64±566.93)b
200 W	—	—	983.29±6.94	—	—	—	(29 493.61±633.45)c
400 W	—	239.20±10.66	—	—	—	—	(56 680.11±819.62)a
600 W	—	—	—	—	—	—	(17 661.09±407.83)d
800 W	—	—	—	—	2817.56±73.19	—	(6694.91±129.38)e

同列不同字母示同一因素处理组中处理间的差异有统计学意义($P < 0.05$)。

十六烷-1-醇乙酸酯、9,12-庚二酸甲酯和乙基 9-癸烯酸酯分别只在微波处理 0、1、2 次时有检出；乙酸苯乙酯只在微波处理 3 次时有检出；棕榈酸乙酯只在微波处理 4 次时有检出。

不同微波功率处理组中，其酯类物质总质量浓度为 6694.91 ~ 56 680.11 μg/L，其总量在处理功率为 400 W 时达到最大值；辛酸乙酯质量浓度在 400 W 微波处理时达到最高(32 613.42 μg/L)；丁二酸二乙酯、正己酸乙酯和乙酸异戊酯均在 800 W 微波处理时无法检出；E,E-10,12-十六烷-1-醇乙酸酯、乙基异戊基琥珀酸酯、9,12-庚二酸甲酯和乙酸苯乙酯分别只在功率为 0、200、400、800 W 时可以检出；癸酸乙酯只在功率为 0、400 W 时可以检出。可见，单一的延长处理时间并不能生成乙酸苯乙酯和棕榈酸乙酯这种会赋予果酒果香及甜香的挥发性风味成分，而需要增加微波功率或者微波处理的次数。

2.1.3 微波催陈无花果酒的醇类物质含量

从表 4 可知，供试无花果酒中均检测出了正丙醇、正丁醇、异戊醇、苯乙醇和甲醇；经微波处理后，酒样中正丙醇、正丁醇、异戊醇等高级醇和甲醇的质量浓度均下降；苯乙醇质量浓度升高。在不同微波次数处理组中，随着处理次数的增加，高级醇总量显著下降，在处理 4 次时最低(376.41 mg/L)，其中，异戊醇质量浓度下降最多，4 次微波处理的酒样中异戊醇、正丙醇、正丁醇质量浓度较 0 次微

波处理时的分别下降了 23.88%、18.26%、11.99%。在不同微波功率处理组中，随着微波功率的增加，高级醇总量先下降，在 600 W 时达最低(394.15 mg/L)，随后继续增加微波功率，其又有所上升，其中，600 W 微波处理了的酒样中异戊醇、正丙醇、正丁醇的质量浓度分别较 0 W 微波处理时的下降了 15.78%、21.46%、15.19%。在不同微波时间处理组中，高级醇总量随着处理时间的增加而下降，在微波处理 20 min 时达到最低值(371.83 mg/L)，其中，异戊醇质量浓度下降最多，20 min 微波处理了的酒样中异戊醇、正丙醇、正丁醇的质量浓度较 0 min 微波处理时的分别下降了 21.53%、14.30%、21.26%。在不同微波次数处理组中，微波处理 2 次时苯乙醇质量浓度最高(40.60 mg/L)；在不同微波功率处理组中，800 W 微波处理的苯乙醇质量浓度最大(35.75 mg/L)；在微波时间处理组中，随处理时间的增加，苯乙醇质量浓度先逐渐升高，在处理时间为 10 min 分钟时，苯乙醇质量浓度最高(38.41 mg/L)，随处理时间再延长，其又有所下降。微波处理前，酒样中甲醇质量浓度高于国家限量标准(400 mg/L)^[17]；经微波处理后，酒样中甲醇质量浓度均小于国家限量标准，其中，在微波处理时间组中，处理 2 min 时甲醇质量浓度显著低于其他处理的；在微波功率处理组中，400 W 微波处理组的甲醇质量浓度最低；在微波次数处理组中，处理 2 次和 3 次的甲醇质量浓度显著低于其他处理的。

表4 无花果酒微波催陈单因素试验的醇类物质含量

处理方式	正丙醇	正丁醇	异戊醇	苯乙醇	甲醇
0 min	(71.56±3.01)a	(109.98±0.38)a	(290.51±6.69)a	(30.13±3.71)b	(404.91±2.84)a
2 min	(58.92±3.05)b	(102.19±2.98)ab	(262.34±6.62)b	(34.26±2.76)ab	(266.29±5.72)e
5 min	(64.90±4.36)ab	(97.28±5.28)bc	(258.06±5.79)b	(34.84±0.15)ab	(370.55±8.46)b
10 min	(68.64±7.94)a	(96.89±4.38)bc	(244.59±9.67)c	(38.41±0.94)a	(328.69±0.79)d
20 min	(57.26±2.79)b	(86.60±3.25)c	(227.97±2.59)d	(34.70±2.75)ab	(345.11±5.37)c
0 W	(71.56±3.01)a	(109.98±0.38)a	(290.51±6.69)a	(30.13±3.71)b	(404.91±2.84)a
200 W	(63.83±4.58)ab	(102.91±1.00)ab	(267.93±0.18)b	(35.03±0.55)ab	(394.56±5.09)a
400 W	(64.90±4.36)ab	(97.28±5.28)b	(258.06±5.79)b	(34.84±0.15)ab	(370.55±8.46)b
600 W	(56.20±3.75)b	(93.27±0.81)b	(244.68±5.62)c	(33.20±3.77)ab	(396.29±5.81)a
800 W	(59.34±7.86)b	(95.45±5.86)b	(258.01±0.76)bc	(35.75±1.81)a	(374.62±6.66)b
0 次	(71.56±3.01)a	(109.98±0.38)a	(290.51±6.69)a	(30.13±3.71)c	(404.91±2.84)a
1 次	(64.90±4.36)ab	(97.28±5.28)b	(258.06±5.79)b	(34.84±0.15)bc	(370.55±25.70)b
2 次	(65.12±4.92)ab	(92.95±2.20)b	(263.53±2.53)b	(40.60±1.98)a	(321.18±2.10)d
3 次	(57.70±3.92)b	(97.72±2.04)ab	(257.82±2.17)b	(33.64±3.04)bc	(318.38±7.51)d
4 次	(58.49±3.19)b	(96.79±5.82)b	(221.13±9.28)c	(37.52±3.20)ab	(354.86±1.59)c

同列不同字母示同一因素处理组中处理间的差异有统计学意义($P<0.05$)。

2.1.4 微波催陈无花果酒的酸类物质含量

从表5可知,供试无花果酒中检测到了草酸、酒石酸、苹果酸、乳酸、柠檬酸和丁二酸等有机酸。在不同微波次数处理组中,处理0次时酒样中有机酸的总量最高(3642.71 mg/L),随处理次数的增加,有机酸总量先显著下降,在处理2次时达到最小值(3411.01 mg/L),随后继续增加处理次数,其又上升;除微波处理2次的丁二酸外,苹果酸、柠檬酸、丁二酸的质量浓度均先随着微波次数的增加而上升,在微波处理3次时上升到最大值,该值分别较处理0次的上升了5.05%、41.89%、6.23%,随着处理次数继续增加,其又有所下降;乳酸质量浓度在处理0次时最高(939.85 mg/L),其质量浓度随处理次数的增加先显著下降,在处理2次时达到最小值,该值较处理0次时的下降了56.94%,随后继续增加处理次数,其又有所上升;与微波处理0次相比,除微波处理3次的外,草酸质量浓度均显著下降,而酒石酸质量浓度均无显著变化。在不同微波功率处理组中,随处理功率的增加,有机酸总量上下波动,200 W微波处理时有机酸总量最高(3669.50 mg/L),600 W处理时有机酸总量最低(3161.12 mg/L);苹果酸、丁二酸、酒石酸、草酸、乳酸质量浓度均在600 W微波处理时下降到最小值,分别较0 W时的下降了4.04%、4.51%、5.15%、8.96%、54.85%;苹果

酸、柠檬酸、丁二酸、酒石酸的质量浓度均在800 W微波处理时达到了最大值,分别较0 W时的上升了6.33%、44.80%、11.30%、3.24%。在不同微波时间处理组中,处理2 min时有机酸的总量最高(3677.70 mg/L),随后随着处理时间的增加,有机酸总量呈现显著下降的趋势,在处理10 min时达到最小值(3492.40 mg/L),继续增加处理时间到20 min时,有机酸总量又稍有上升,这可能是酯化反应的逆反应开始了所致;草酸质量浓度随微波时间的增加而呈下降的趋势,在微波处理时间为20 min时下降到最小值,较0 min时的下降了8.60%;乳酸质量浓度随时间增加的变化趋势与有机酸总量的变化趋势一致,在微波时间为10 min时下降到最小值(414.88 mg/L),较0 min时下降了55.86%;除处理时间为2 min时的柠檬酸和处理时间为5 min时的丁二酸外,柠檬酸和丁二酸质量浓度均随微波处理时间的增加而增加,在微波处理时间为20 min时达到最大值(分别为1075.90、348.84 mg/L),分别较处理0 min时的增加了43.97%和24.95%。苹果酸质量浓度随处理时间增加而上下波动,微波处理10 min时最高(1218.26 mg/L);酒石酸质量浓度于微波处理2 min时最低,随后随微波时间的延长而增加,微波处理20 min时达到最高。

表5 无花果酒微波催陈单因素试验的有机酸含量

处理方式	草酸	酒石酸	苹果酸	乳酸	柠檬酸	丁二酸	总量
0 min	(210.95±6.98)a	(276.54±0.85)b	(1188.89±12.42)c	(939.85±9.44)a	(747.29±10.33)c	(279.19±8.49)d	(3642.71±34.55)a
2 min	(205.45±2.12)a	(273.89±0.43)c	(1210.52±1.27)ab	(942.55±3.60)a	(740.53±10.72)c	(304.77±0.64)c	(3677.70±7.35)a
5 min	(203.08±2.07)ab	(273.95±0.49)c	(1204.29±5.05)abc	(679.52±2.02)b	(887.78±19.04)b	(286.34±0.76)d	(3534.95±8.65)b
10 min	(195.80±1.57)bc	(275.20±0.99)bc	(1218.26±13.32)a	(414.88±1.83)c	(1065.38±3.51)a	(322.88±5.90)b	(3492.40±15.32)c
20 min	(192.81±6.06)c	(278.56±0.77)a	(1197.91±5.24)bc	(423.37±1.94)c	(1075.90±6.12)a	(348.84±3.31)a	(3517.38±16.81)bc
0 W	(210.95±6.98)a	(276.54±0.85)b	(1188.89±12.42)b	(939.85±19.44)a	(747.29±10.33)c	(279.19±18.49)bc	(3642.71±84.55)a
200 W	(203.84±0.73)a	(274.82±0.08)b	(1216.09±0.64)b	(946.68±2.78)a	(743.93±2.20)c	(284.13±1.74)bc	(3669.50±2.45)a
400 W	(203.08±2.07)a	(273.95±0.49)b	(1204.29±5.05)b	(679.52±12.02)b	(887.78±9.04)b	(286.34±0.76)b	(3534.95±1.35)b
600 W	(192.05±3.94)b	(262.31±5.54)c	(1140.85±13.03)c	(424.32±1.60)d	(874.99±10.62)b	(266.60±9.62)c	(3161.12±2.95)c
800 W	(206.69±4.88)a	(285.49±8.01)a	(1264.18±9.81)a	(447.47±8.34)c	(1082.06±16.97)a	(310.73±5.38)a	(3596.61±53.4)ab
0 次	(210.95±6.98)a	(276.54±0.85)b	(1188.89±12.42)c	(939.85±9.44)a	(747.29±10.33)d	(279.19±8.49)b	(3642.71±34.55)a
1 次	(203.08±2.07)c	(273.95±0.49)b	(1204.29±5.05)bc	(679.52±12.02)b	(887.78±9.04)c	(286.34±0.76)ab	(3534.95±1.35)b
2 次	(203.46±1.47)c	(276.32±0.24)b	(1213.31±0.54)b	(404.71±1.10)c	(1031.00±1.82)b	(282.21±0.81)b	(3411.01±3.79)c
3 次	(208.64±6.34)ab	(284.32±7.99)a	(1248.91±9.66)a	(424.52±12.92)c	(1060.35±8.48)a	(296.57±7.09)a	(3523.31±52.48)b
4 次	(206.12±0.20)bc	(277.52±2.17)ab	(1217.77±8.42)b	(676.54±14.78)b	(898.79±1.46)c	(284.85±7.01)ab	(3561.58±8.84)b

同列不同字母示同一因素处理组中处理间的差异有统计学意义(P<0.05)。

2.2 无花果酒微波催陈响应面模型拟合与方差分析结果

依据单因素试验的感官评定结果，选取微波功率 400 W、微波时间 2 min、微波 2 次进行后续响应面试验。根据响应面试验结果，综合考虑感官得分和醇类物质、酯类物质、酸类物质的质量浓度，以感官得分和全部酯类物质、苯乙醇、草酸、柠檬酸、丁二酸的质量浓度为正向指标，以正丙醇、正丁醇、异戊醇、酒石酸、苹果酸、乳酸的质量浓度为负向指标，利用熵权法对各个响应值赋权值得到

苯甲酸乙酯为 0.05、辛酸乙酯为 0.03、癸酸乙酯为 0.02、丁二酸二乙酯为 0.04、正己酸乙酯为 0.01、乙酸异戊酯为 0.01、棕榈酸乙酯为 0.06、乙基异戊基琥珀酸酯为 0.02、乙基 9-癸烯酸酯为 0.14、丁酸乙酯为 0.18、甲酸辛酯为 0.18、硬脂酸乙酯为 0.08、草酸为 0.02、酒石酸为 0.02、苹果酸为 0.02、乳酸为 0.01、柠檬酸为 0.01、丁二酸为 0.01、正丙醇为 0.01、正丁醇为 0.01、异戊醇为 0.01、苯乙醇为 0.01、甲醇为 0.04、感官得分为 0.02 等权重系数，得到的综合评分结果如表 6 所示。

表6 无花果酒微波催陈Box-Behnken试验结果

序号	微波功率/W	微波时间/min	微波次数	熵权法总分	序号	微波功率/W	微波时间/min	微波次数	熵权法总分
1	500	2	1	66.162 1	10	500	3	2	65.241 7
2	400	3	3	67.654 3	11	300	2	1	62.957 9
3	500	2	3	64.566 1	12	300	2	3	64.466 7
4	500	1	2	65.903 5	13	400	3	1	67.283 2
5	400	2	2	70.233 1	14	400	2	2	71.033 6
6	400	1	3	65.016 2	15	400	1	1	64.941 4
7	300	3	2	67.319 4	16	300	1	2	68.371 5
8	400	2	2	68.961 6	17	400	2	2	69.674 9
9	400	2	2	70.971 9					

各因素与综合评分回归模型的方差分析结果列于表7。从表7可知，模型极显著，失拟项不显著，说明回归模型能很好地与所选变量进行拟合，综合评分法用于微波催陈无花果酒的条件优化是稳定

可靠的。去除不显著的乘积项后得到的回归方程为 $Y=70.18-0.16A+0.41B+0.045C+0.098AB-0.78AC+0.074BC-2.58A^2-0.89B^2-3.06C^2$ ，Y为微波催陈无花果酒的综合评分。

表7 无花果酒微波催陈响应面试验的拟合二次多项式模型的方差分析结果

变异来源	平方和	自由度	均方	F	P	显著性
模型	81.22	9	9.02	3.84	0.044 8	显著
微波功率(A)	0.19	1	0.19	0.082	0.782 7	
微波时间(B)	1.33	1	1.33	0.57	0.475 7	
微波次数(C)	0.02	1	0.02	0.01	0.936 4	
AB	0.04	1	0.04	0.16	0.902 2	
AC	2.41	1	2.41	1.03	0.344 8	
BC	0.02	1	0.02	0.01	0.925 7	
A ²	27.94	1	27.94	11.90	0.010 7	
B ²	3.34	1	3.34	1.42	0.272 1	
C ²	39.45	1	39.45	16.80	0.004 6	
残差	16.44	7	2.35			
失拟项	13.34	3	4.45	5.74	0.062 3	不显著
纯误差	3.10	4	0.77			
总和	97.66	16				
R ²	0.831 7					
R ² _{Adj}	0.615 3					

从图1可知,微波次数和微波功率的响应面图坡度最大,可见这2个因素对综合评分的影响最显著;微波次数与微波功率的等高线近似圆形,可知

它们之间的交互作用对综合评分的影响较小;而微波功率与微波时间、微波次数与微波时间的等高线呈扁平状,说明这2组因素之间的交互影响较强。

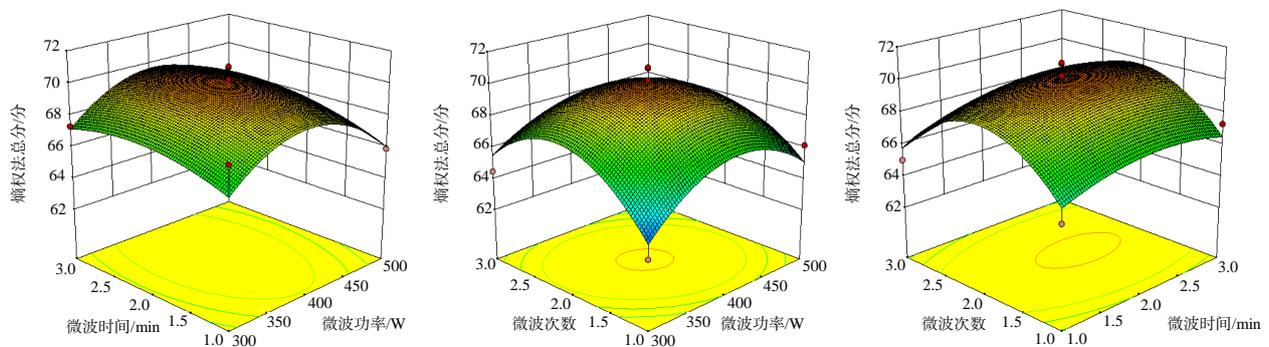


图1 无花果酒微波催陈响应面试验因素的交互作用对综合评分影响的响应面

Fig.1 Response surface of the interaction of factors of microwave aging response surface experiment of fig wine on comprehensive score

依据回归模型,分析数据得到微波催陈无花果酒的最优条件:微波功率为397.282 W;微波时间为2.228 min;微波2.013次。预测得分为70.224。为方便后续试验,选择微波功率为400 W、微波时间为2 min、微波2次。从表8可知,在此条件下无花果酒中的酯类物质总量为89.37 mg/L,较未微波处理的升高了80.69%;高级醇总量为352.51 mg/L,较未微波处理的下降了25.32%;甲醇质量

浓度为358.27 mg/L,较未微波处理的下降了11.52%;酸类物质总量为3416.75 mg/L,较未微波处理的下降了6.20%;感官得分为82.85,较未微波处理的上升了10.39;模型真实得分为69.733,实测值与理论值相对误差小于5%。可见,将该模型用于微波催陈无花果酒的条件优化具有一定的准确性和可靠性。

表8 微波催陈无花果酒验证试验的各项数据

物质	质量浓度/(mg L ⁻¹)	物质	质量浓度/(mg L ⁻¹)	物质	质量浓度/(mg L ⁻¹)
苯甲酸乙酯	0.39±0.06	乙基 9-癸烯酸酯	7.57±4.20	正丙醇	54.50±3.05
辛酸乙酯	42.34±19.53	草酸	89.58±0.13	正丁醇	83.00±15.95
癸酸乙酯	4.09±2.55	酒石酸	568.11±1.28	异戊醇	215.01±52.82
丁二酸二乙酯	2.33±0.24	苹果酸	620.41±0.83	苯乙醇	37.08±2.54
正己酸乙酯	14.89±0.53	乳酸	994.38±1.66	甲醇	358.27±11.76
乙酸异戊酯	16.77±2.95	柠檬酸	870.58±8.13	感官得分	82.85±1.53
棕榈酸乙酯	0.99±0.34	丁二酸	273.69±9.68	模型真实得分	69.733

3 结论与讨论

本研究中,使用微波催陈无花果酒的单因素试验中,酒精度随着微波处理时间的增加而减少,这可能是微波处理过程中由于微波能所致的醇类挥发及转化所致,这与崔艳等^[18]的研究结果类似。总酸含量随微波时间变化与万子玲等^[19]的研究结果类似,可能是当处理时间较短时,某些酸与乙醇的成酯作用强,导致总酸减少,随着处理时间的延长,乙醇氧化成醛、酸,从而使得总酸含量升高。

短时间的微波处理可提高其酯类物质含量,但时间过长会使无花果酒在得到外界的能量后内部的化学成分发生变化,可能是聚合反应,也可能是分解反应^[8]。随着微波处理时间的延长,会有一些物质消失,也会有新的物质生成,这与于立梅等^[8]和赵金等^[20]的研究结果类似。增加微波次数会生成酯类新物质,这与于立梅等^[8]的研究结果类似,且增加微波次数会比增加微波时间生成的新物质更多。在不同微波功率下癸酸乙酯的含量变化与于立梅等^[8]的研究结果类似。

在催陈过程中高级醇含量下降的原因可能是在分解代谢途径下异戊醇与亮氨酸、正丁醇与苏氨酸、活性戊醇与异戊醇之间相互转化,高级醇还可转化为相应醛类及酸类物质,如异丁醇、异戊醇可以转化形成乙酸酯^[21-22],也可能是由于微波处理使酒样的温度升高,促使高级醇分子逸散所致。微波处理可提高苯乙醇的含量,这可能是由于苯丙氨酸在微波能的作用下转化成了苯乙醇所致^[23]。微波处理后甲醇含量下降,可能是微波处理促使分子间的活化能增加,促使甲醇转化为甲酸^[24],也可能是由于微波处理使酒样温度升高,促使甲醇分子逸散。

微波处理后有机酸总量下降的原因可能是其与醇类物质相互作用,生成酯类物质而导致有机酸

总量下降^[25],其中,乳酸含量的下降可能是其与乙醇作用生成乳酸乙酯^[26],前文也提到过,随着微波功率的增加,无花果酒的酒精度有显著下降。而在处理次数为3次和4次时有机酸含量有所上升,可能是处理次数过多,导致酯类物质水解,从而使有机酸的含量增加。酒石酸含量降低可能是微波催陈促使其聚合沉淀,但功率过高可能促使其解离^[27]。草酸含量的下降可能是与醇类物质反应生成酯类物质^[25],或向丁二酸转变^[28]所致。在本试验中,丁二酸在800 W微波处理时含量有一定的上升也可作为佐证。

本研究得到的无花果酒最佳催陈条件为微波功率400 W、微波时间2 min、微波2次。在此条件下得到的无花果酒的酯类物质总量(89.37 mg/L)较未处理升高了80.69%。适当的微波条件可以促进酯类物质的合成,过高会导致酯类物质的逸散或转化使其远低于催陈前的含量,但此时会有一些如乙酸苯乙酯和棕榈酸乙酯等的新物质生成。这与于立梅等^[8]和赵金等^[20]的研究结果类似。与未微波处理的相比,高级醇总量(389.59 mg/L)下降了25.32%,甲醇质量浓度(358.27 mg/L)下降了11.52%,适当的微波条件可以促进醇类物质的转化,使无花果酒的酒体饱满,但过高会导致醇类物质含量过低,酒体单薄。高级醇含量下降的原因可能是其转化成了相应醛类及酸类物质。酸类物质总量(3416.75 mg/L)较未微波处理的下降了6.20%,适当的微波条件有助于无花果酒中有机酸的转化,使果酒更加爽口。有机酸总量下降的原因可能是其与醇类物质相互作用,生成酯类物质而导致有机酸总量下降,这与刘晓艳等^[7]的研究结果类似。感官得分(82.85)较未微波处理的上升了10.39分,熵权法赋值后的综合得分为69.73。另外,笔者发现单一的延长时间并

不能生成乙酸苯乙酯和棕榈酸乙酯等会赋予果酒果香及甜香的挥发性风味成分, 还需增加微波处理的功率或者次数。

可见, 微波催陈陈酿时间短, 为果酒生产节约成本。本研究中所建立的模型能较好地拟合微波催陈无花果酒的条件, 催陈后的无花果酒酒体饱满不刺激, 可考虑在催陈无花果酒的实际中应用。

参考文献:

- [1] 熊梅林, 林淑珠, 刘洁英, 等. 无花果及其产业化问题[J]. 食品研究与开发, 2001, 22(1): 5-7.
- [2] 黄泰康. 现代本草纲目[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2001: 1840-1995.
- [3] 曾佑炜. 黄酮抗癌作用研究进展[J]. 天然产物研究与开发, 2016, 28(11): 1838-1844.
- [4] 柏红梅, 王波, 游敬刚, 等. 中国无花果采后研究进展[J]. 食品与发酵科技, 2021, 57(1): 111-114.
- [5] 柳金龙, 宫俐莉, 孙金沅, 等. 中国白酒老熟方法研究概况与前景展望[J]. 酿酒科技, 2016(8): 100-104.
- [6] 袁敏, 王巧碧, 赵欠, 等. 催陈方法对白肉枇杷果酒品质的影响[J]. 食品与机械, 2016, 32(12): 108-114.
- [7] 刘晓艳, 白卫东, 马永轩, 等. 不同催陈方法对柿子酒的影响[J]. 广东农业科学, 2011, 38(16): 79-81.
- [8] 于立梅, 刘俊梅, 冯卫华, 等. 催陈方式对山竹果酒理化特性和香气成分的影响[J]. 现代食品科技, 2013, 29(10): 2442-2446.
- [9] 蒋成, 付云云, 杨云洁, 等. 不同酵母对无花果酒高级醇、氨基酸的影响研究[J]. 食品与发酵工业, 2018, 44(11): 147-153.
- [10] GB/T 15038—2006 葡萄酒、果酒通用分析方法[S].
- [11] GB 5009.225—2016 食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定[S].
- [12] ZHU J C, WANG L Y, XIAO Z B, et al. Characterization of the key aroma compounds in mulberry fruits by application of gas chromatography-olfactometry(GC-O), odor activity value(OAV), gas chromatography-mass spectrometry(GC-MS) and flame photometric detection (FPD)[J]. Food Chemistry, 2018, 245: 775-785.
- [13] GB/T 32783—2016 蓝莓酒[S].
- [14] GB 5009.266—2016 食品安全国家标准 食品中甲醇的测定[S].
- [15] 唐玲. 无花果果酒发酵工艺及其品质研究[D]. 重庆: 西南大学, 2018.
- [16] 赵腾, 杨世忠. 熵权 TOPSIS 法在企业财务风险评价中的应用: 以酒鬼酒公司为例[J]. 财会月刊, 2019(3): 9-16.
- [17] GB/T 15037—2006 葡萄酒[S].
- [18] 崔艳, 吕文, 付荣霞, 等. 超声波和微波处理对缩短红葡萄酒陈酿期的对比[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(9): 118-121.
- [19] 万子玲, 郑华, 林捷, 等. 低度砂糖桔果酒的人工催陈技术研究[J]. 现代食品科技, 2010, 26(10): 1127-1129.
- [20] 赵金, 刘夏, 颜廷才. 超声波-橡木片复合催陈技术对寒富苹果白兰地陈酿的影响[J]. 沈阳农业大学学报, 2021, 52(2): 160-170.
- [21] PROCOPIO S, QIAN F, BECKER T. Function and regulation of yeast genes involved in higher alcohol and ester metabolism during beverage fermentation[J]. European Food Research and Technology, 2011, 233(5): 721-729.
- [22] VERSTREPEN K J, VAN LAERE S D M, VANDERHAEGEN B M P, et al. Expression levels of the yeast alcohol acetyltransferase genes *ATF1*, *Lg-ATF1*, and *ATF2* control the formation of a broad range of volatile esters[J]. Applied and Environmental Microbiology, 2003, 69(9): 5228-5237.
- [23] 余晓红, 陈洪兴, 汪志君, 等. 啤酒酵母代谢副产物高级醇的影响因素研究进展[J]. 酿酒科技, 2006(10): 78-81.
- [24] 陈思妘. 酒精发酵中高级醇的形成途径及影响因素[J]. 食品与发酵工业, 1981, 7(1): 76-81.
- [25] LEE S J, NOBLE A C. Characterization of odor-active compounds in Californian chardonnay wines using GC-olfactometry and GC-mass spectrometry[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2003, 51(27): 8036-8044.
- [26] 王晓丹, 班世栋, 胥思霞, 等. 浓香型大曲中酶系与白酒品质的关系研究[J]. 中国酿造, 2014, 33(1): 44-47.
- [27] 汪建国. 浅谈黄酒中有机酸的特征和功能[J]. 中国酿造, 2008, 27(14): 81-83.
- [28] PINU F R, EDWARDS P J B, GARDNER R C, et al. Nitrogen and carbon assimilation by *Saccharomyces cerevisiae* during Sauvignon blanc juice fermentation[J]. FEMS Yeast Research, 2014, 14(8): 1206-1222.

责任编辑: 邹慧玲

英文编辑: 柳正