

D - 最优混料设计在豉香型白酒香醅优化中的应用

黄光建^{1†}, 徐学锋^{1†}, 郭梅君², 廖振林¹, 杨幼慧¹

(1 华南农业大学 食品学院, 广东 广州 510642; 2 广东省九江酒厂有限公司, 广东 佛山 528203)

摘要:为了探讨不同玉米、麸皮和丢糟对比对豉香型白酒香醅风味形成的影响,本研究在单因素试验基础上,应用D-最优混料设计,在玉米(4%~20%),麸皮(30%~50%)和丢糟(40%~60%)的限定配比水平条件下,形成不同的香醅配方组合.以香醅生成的总酯含量为响应值,采用Design-expert软件进行数据统计分析,通过建立回归方程及多目标响应面优化分析,获得优化的香醅配比为:玉米质量分数为7.22%、麸皮33.62%、丢糟59.16%,优化配方所得总酯含量为3.86 g/L,与预测值基本一致.

关键词:豉香型白酒;香醅配方;D-最优设计

中图分类号:S852.65

文献标志码:A

文章编号:1001-411X(2013)03-0427-04

Application of D-Optimal Mixture Design in the Flavoring Fermented Grains Optimization of Soybean-Flavor Liquor

HUANG Guangjian¹, XU Xuefeng¹, GUO Meijun², LIAO Zhenlin¹, YANG Youhui¹

(1 College of Food Science, South China Agricultural University, Guangzhou 510642, China;

2 Guangdong Jiujiang Distillery Company Limited, Foshan 528203, China)

Abstract: The purpose of this research was to explore the effects of different proportions of corn, bran and waste lees on the flavor formation of fermented grains of soybean-flavor liquor. Based on the single-factor test, different flavoring fermented grains formulations were prepared using D-optimal mixture design, with corn of 4% - 20%, bran of 30% - 50% and waste lees of 40% - 60%, which were evaluated by total ester. The results were analyzed by software Design-expert and an optimum formulation was attained by corn mass fraction of 7.22%, bran 33.62% and waste lees 59.16%. The total ester value was 3.86 g/L which was consistent with the predictive value.

Key words: soybean-flavor liquor; flavoring fermented grains formulation; D-optimal design

豉香型白酒是广东地产白酒,酒体玉洁冰清,豉香独特,醇和甘滑,余味爽净^[1],酒度 φ 约30%左右,在广东、华南、港澳台、东南亚乃至北美等地具有广泛的市场辐射力与文化影响力.由于豉香型白酒特有的生产工艺,导致其风味有别于其他小曲酒,使豉香型白酒的酸、酯含量远低于固态法的酱香、浓香、清香型白酒.随着社会的进步、科技的发展和人们生活习惯的改变,人们对豉香型白酒提出了更高的要求,如何提升白酒风味品质成了一个亟待解决的新

课题^[2].

香醅串蒸技术有利于提高中低档白酒的质量,目前香醅串香工艺主要用于药香型和浓香型等白酒生产中,取得了良好的效果.国家名优白酒董酒生产工艺中采用双醅法串香,小曲用来制作酒醅,大曲用来制作香醅,对控制产酒产香十分有利^[3].类似董酒蒸馏的独特串香工艺已普遍为国内酒厂所采用,对提高中低档白酒的质量起了很大作用.业内的生产实践表明,利用香醅串蒸来提高豉香型白酒风味具

收稿日期:2013-01-06 网络出版时间:2013-06-13

网络出版地址:<http://www.cnki.net/kcms/detail/44.1110.S.20130613.1346.002.html>

作者简介:黄光建(1987—),男,硕士研究生;徐学锋(1977—),男,讲师,博士;†对本文贡献相同;通信作者:杨幼慧(1956—),女,教授,E-mail:yhyang@scau.edu.cn

基金项目:广东省科技计划项目(2008B021100019)

有重要的研究意义,目前,对豉香型白酒香醅工艺进行优化的研究鲜见报道。

近年来,混料试验在生产实际中有非常广泛的应用,日益受到人们的重视。而最优化设计可以在给定的因素空间中,基于给定的回归模型,比较各种试验方案,寻找最优组合,从而获得最优回归方程。D-最优设计可以使拟合模型回归系数的方差最小化,提高回归模型的预测精度^[4]。D-最优混料设计(D-optimal mixture design)则是将D-最优化方法应用到混料试验中的设计方法,具有试验次数少、信息量充分、参数预测精度高、能够多目标同步优化等特点^[5-7]。

本研究在单因素试验的基础上,将不同配比的玉米、麸皮和丢糟含量进行组合,通过D-最优混料设计,以香醅生成的总酯含量为考察指标,优化香醅的配比,筛选出最佳的香醅制作配方,结果将为豉香型白酒品质的改进提供借鉴。

1 材料与方 法

1.1 材 料

主要材料有玉米,麸皮,丢糟,糖化酶,酒精,安琪生香活性干酵母等;总酯测定的相关仪器试剂参照GB/T10345—2007^[8]。

1.2 方 法

1.2.1 试验设计 选择玉米、丢糟和麸皮不同的质量分数为因素,以香醅的总酯质量浓度为考察指标进行单因素试验。根据单因素试验确定的水平,采用Design-expert 7.16 设计分析软件中的D-optimal mixture design 设计试验,对试验数据进行回归分析^[9-11],获取香醅最佳制作配方,并进行验证性试验。

1.2.2 生香酵母活化 用10倍质量33~35℃的温水溶解生香活性干酵母,在35℃下溶解活化30 min,即可使用^[12]。

1.2.3 糖化酶活化 糖化酶使用前用55~60℃温水溶解、搅匀、保温静置30 min,使用量为100 U/g原料^[13]。

1.2.4 香醅的配制与发酵 将培养基按比例调配好,搅拌均匀,常压蒸1 h,冷却到40℃左右,加适量糖化酶活化液,40℃活化2 h。将活化好的酵母按照质量分数1%~5%的比例接种到固体培养基中,用塑料布封口,隔绝空气,于28~30℃堆积培养48 h。

1.2.5 香醅串蒸 称取100 g香醅,添加 φ 为30%食用酒精100 mL,进行蒸馏,共接取100 mL基酒,测定其总酯的含量。

1.2.6 总酯的测定 参照GB/T10345—2007指示剂法^[8]。

2 结果与分析

2.1 各原料的单因素试验

2.1.1 玉米质量分数对香醅总酯产量的影响 设定不同玉米质量分数,其余原料按麸皮:丢糟=4:5的比例配足。不同玉米含量对香醅总酯生产量的影响如图1所示。

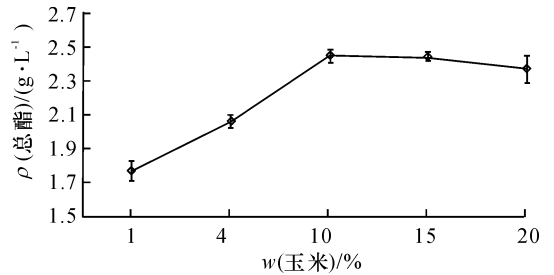


图1 玉米质量分数对香醅总酯生产量的影响

Fig. 1 Total ester production of the flavoring fermented grains fermented with different percentages of corn

通过试验可以发现,香醅生成总酯含量随着玉米添加量增大而增加,当玉米添加比例为10%时,总酯生产量最高,当玉米添加比例再增加时,总酯生产量开始下降。说明了适量的玉米配比有利于生香酵母代谢产生酯,可以提升香醅风味。因此选择4%、10%、20%为优化时玉米质量比例的3个水平。

2.1.2 麸皮含量对香醅总酯产量的影响 设定不同麸皮质量分数,固定玉米含量为10%,余下以丢糟补足,不同麸皮含量对香醅总酯生产量的影响如图2所示。

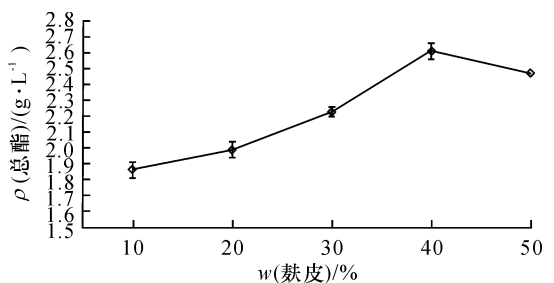


图2 麸皮质量分数对香醅总酯生产量的影响

Fig. 2 Total ester production of the flavoring fermented grains fermented with different percentages of bran

由图2可看出,香醅生成总酯含量随着麸皮添加量增大而增加,当麸皮添加比例为40%时,总酯生产量最高,当麸皮添加比例再增加时,总酯生产量开始下降。说明了适量的麸皮配比有利于促进香醅中总酯的形成。因此选择30%、40%、50%为优化时麸皮质量比例的3个水平。

2.1.3 丢糟质量分数对香醅总酯生产量的影响 设定不同丢糟质量分数,固定其余原料玉米:麸皮的

质量比为1:4,不同丢糟质量分数对香醅总酯生产量的影响如图3所示。

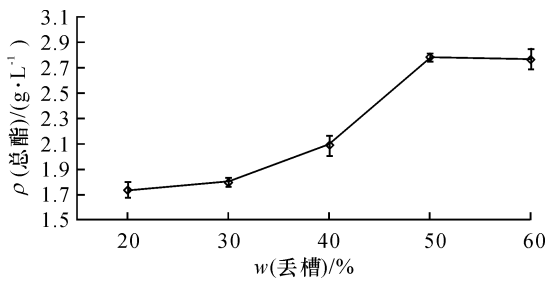


图3 丢糟质量分数对香醅总酯生产量的影响

Fig. 3 Total ester production of the flavoring fermented grains fermented with different percentages of waste lees

由图3可看出,香醅生成总酯质量浓度随着丢糟添加量增大而增加,当w(丢糟)为50%时,总酯生产量最高,当w(丢糟)大于50%时,总酯生产量变化不大.说明了适量的丢糟配比有利于促进香醅中总酯的生成.因此选择40%、50%、60%为优化时丢糟质量比例的3个水平。

2.2 香醅制作的 D-optimal mixture design 优化试验

2.2.1 试验结果 综合上述单因素试验结果,证明不同玉米、麸皮和丢糟质量分数对香醅总酯形成的影响明显,确定了香醅配方中不同原料的用量范围分别为w(玉米)4%~20%,w(麸皮)30%~50%,w(丢糟)40%~60%,通过D-最优试验设计,确定试验因素空间内的候选点,组成16个模拟组合,确定豉香型白酒固态香醅最优配方,结果如表1。

表1 D-最优设计方案及试验结果

Tab. 1 D-optimal design and results of tests

试验号	w/%			ρ(总酯)/(g·L ⁻¹)	
	玉米(A)	麸皮(B)	丢糟(C)	实测值	预测值
1	20	40	40	1.84	1.62
2	20	35	45	2.01	2.12
3	4	36	60	2.62	2.65
4	20	30	50	2.19	2.03
5	10	50	40	1.66	1.73
6	4	50	46	1.80	1.85
7	10	30	60	3.58	3.66
8	10.67	44.67	44.67	1.98	1.83
9	11.33	39.33	49.33	2.13	2.28
10	10.67	34.67	54.67	3.00	2.85
11	4	50	46	1.80	1.70
12	20	40	40	1.84	2.01
13	10	50	40	1.66	1.66
14	4	43	53	2.53	2.64
15	20	30	50	2.19	2.30
16	4	36	60	2.62	2.54

以香醅生成的总酯含量(y)为响应值,应用Design-expert软件进行多元回归拟合分析,各因子对响应值的影响可用如下多元回归方程表示:

$$y = 7\ 105.809\ 47x_1 - 20.386\ 30x_2 - 29.016\ 29x_3 - 11\ 747.316\ 39x_1x_2 - 11\ 999.549\ 24x_1x_3 + 71.897\ 09x_2x_3 + 10\ 039.561\ 96x_1x_2x_3 - 5\ 017.563\ 46x_1x_2(x_1 - x_2) - 5\ 446.284\ 75x_1x_3(x_1 - x_3) - 32.779\ 98x_2x_3(x_2 - x_3).$$

其中 x_1, x_2, x_3 分别表示玉米、麦麸和丢糟的质量分数。由回归方程和方差分析可知,三次项的系数为正数,说明该3个因素对总酯起着贡献性作用。二次项回归系数绝对值的大小依次为 $x_1x_3 > x_1x_2 > x_2x_3$,这说明,在复合配方中,玉米和丢糟的复合对总酯形成贡献作用最强,玉米和麸皮复合对总酯形成贡献作用次之,麸皮和丢糟复合对总酯形成贡献作用最弱。

2.2.2 方差分析 对表1中的试验结果和3次模型进行统计分析,得到方差分析结果如表2所示。

表2 回归方程的方差分析

Tab. 2 Analysis of variance of the regression equation

方差来源	平方和	自由度	均方	F值	P ¹⁾
拟合模型	4.27	9	0.47	11.77	0.003 6 **
混合线性模型	3.40	2	1.70	42.21	0.000 3 **
AB	0.12	1	0.12	3.03	0.132 2
AC	0.12	1	0.12	2.97	0.135 6
BC	0.094	1	0.094	2.32	0.178 4
ABC	0.12	1	0.12	2.88	0.140 4
AB(A-B)	0.13	1	0.13	3.12	0.128 0
AC(A-C)	0.15	1	0.15	3.67	0.103 9
BC(B-C)	1.039E-003	1	1.039E-003	0.026	0.877 7
残差	0.24	6	0.040		
失拟项	0.11	1	0.11	4.14	0.097 6
纯差	0.13	5	0.026		

1) **表示差异极显著。

多元相关系数(R^2) = 0.946 4,校正决定系数(R_{adj}^2) = 0.865 9,说明该模型对实际情况拟合较好, $P = 0.003 6 < 0.01$,线性混合模型和3次模型都在0.01水平上极显著,试验所选用的模型具有高度的显著性,失拟项在 $P = 0.05$ 水平上不显著,因此该模型的拟合程度较好,可以用此模型来确定香醅的配方。

2.2.3 交互因子的响应面分析 根据D-优化试验结果和最佳回归方程绘制玉米、麸皮和丢糟交互因子的等高线和响应面分析,分别见图4和图5。

由图4和图5可看出,响应曲面图为一曲面,说明三者间具有一定的交互作用。在丢糟和麸皮添加量较大,玉米添加量较小处,曲面还是呈现一定的球

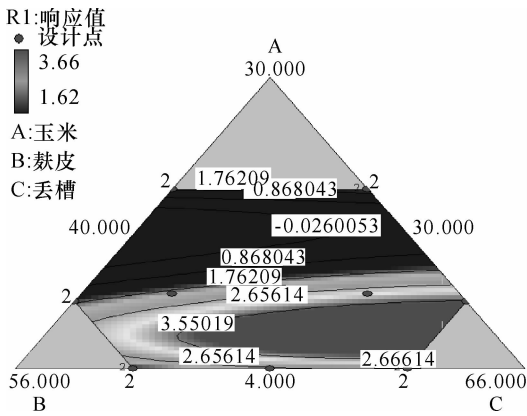


图4 交互因子的等高线

Fig. 4 The contours of the interaction factors

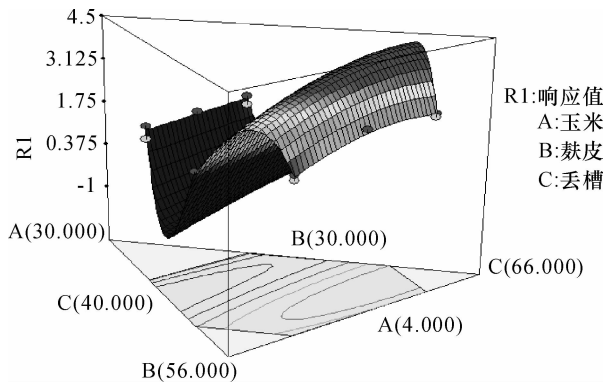


图5 交互因子的响应面

Fig. 5 The response surface of interaction factors

面状,有极大值.当丢糟和麸皮添加比例固定时,随着玉米添加量的增加,总酯形成呈现先上升后下降的趋势;当玉米和丢糟添加比例固定时,总酯形成随着麸皮添加比例的增大呈现先上升后下降的趋势;当玉米和麸皮添加量固定时,随着丢糟的添加,总酯越来越大,在60%左右达到最大值,说明在香醅配方中,丢糟的添加量对总酯形成影响重大,3者的复配在一定程度上能够发挥各自的优点,共同促进总酯形成.

响应面图可以直接反映出各因素对响应值的影响大小,利用等高线叠加图选出3个因素的最佳用量范围,可以直观地描绘出符合总酯指标的辅料配比,见图4.

2.2.4 最优配方的确定 用软件的最优化功能设定各因素的变化范围,设定所期望的响应值(表3),从随机组合开始进行最陡爬坡预测,直到目标响应值.数据分析给出了达到或接近目标响应值的2个组合,并提供了预测值(表4).

采用优化后的组合进行验证试验,总酯含量为3.86 g/L,与预测值基本一样,为所有试验中最高值,见表4.因此确定香醅最优配方组合(w)为玉米7.22%、麸皮33.62%、丢糟59.16%.

表3 试验因素和响应值的目标范围

Tab.3 Range of the test and response value

类型	$w/\%$			$\rho_{\text{目标}}(\text{总酯})/$
	玉米	麸皮	丢糟	($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
目标	范围内	范围内	范围内	最大值
底线	4	30	40	1.62
高限	20	50	60	10

表4 各成分最佳组合的预测和实测结果

Tab.4 The predicted and measured results of the best combination of different ingredients

组别	$w/\%$			$\rho(\text{总酯})/(\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	
	玉米	麸皮	丢糟	预测值	实测值
1	7.221	33.619	59.160	4.444 36	3.86
2	7.667	34.667	57.667	4.398 73	3.73

3 讨论

香醅风味主要来源于微生物代谢培养基的营养物质,不同的原料具有不同的营养结构和成分,适宜的原料有利于微生物的生长繁殖及发酵,同时也能为微生物创造适宜的生长环境,有利于香味成分物质能相互反应和转化,制作出最佳的香醅.本文中使用的玉米、麸皮和丢糟营养物质丰富^[14-15],有利于微生物代谢产生风味物质.除此之外,还有诸多杂粮在白酒的呈香方面有不俗的表现,后续研究会考虑成本等因素的基础上,应用更多不同的原料进行香醅制作.

本文采用混料均匀设计的D-最优混料设计试验方案,得出豉香型白酒香醅的最佳配方,表明D-最优混料设计可有效地应用于多种原料混合的香醅配方优化,这种方法很少运用于香醅和白酒发酵原料配方优化方面,与其他方法相比,D-最优混料设计试验点数较少,可以使拟合模型回归系数的方差最小化,提高回归模型的预测精度^[16-18].由于原料间相互作用分析在其他混料试验中鲜有探究^[19-21],而将D-最优混料设计用于深入分析交互因子间的联系,更有利于配料和节省原料,提高试验精确性.通过D-最优混料设计所得的豉香型白酒香醅最佳配方,为进一步提高豉香型白酒风味奠定了基础,所述方法对于其他混料配方设计研究亦具有一定的指导作用.

参考文献:

- [1] 张五九,何松贵,韩兴林,等.豉香型白酒风味成分分析研究[J].酿酒科技,2010,(12):58-64.

(下转第435页)

- 32号'果实品质影响的研究[J]. 中国农学通报, 2010, 26(20):255-258.
- [4] 王艳丽, 赵政阳, 宋传奎, 等. 蚁酸钙对嘎拉苹果的疏花效果研究[J]. 西北农林科技大学学报:自然科学版, 2011, 39(9):129-137.
- [5] 冯建灿, 郑先波, 李继东, 等. 果树化学疏花疏果的研究现状与展望[J]. 经济林研究, 2011, 29(4):116-121.
- [6] MILLER S S, SCHUPP J R, BAUGHER T A, et al. Performance of mechanical thinners for bloom or green fruit thinning[J]. Hortscience, 2011, 46(1): 43-51.
- [7] SCHUPP J R, BAUGHER T A. Peach blossom string thinner performance improved with selective pruning[J]. Hortscience, 2011, 46(11): 1486-1492.
- [8] 李冬波, 朱建华, 彭宏祥, 等. 花穗修剪与多效唑处理对妃子笑荔枝产量与效益的影响[J]. 南方农业学报, 2011, 42(2):182-184.
- [9] 王祥和, 胡福初, 范鸿雁, 等. 不同花穗处理对妃子笑荔枝开花坐果的影响[J]. 西南农业学报, 2011, 24(1):206-210.
- [10] MARTIN B, TORREGROSA A, BRUNTON J G. Feasibility of peach bloom thinning with hand-held mechanical devices[J]. Scientic-amsterdam, 2011, 129(1): 91-97.
- [11] MARTIN B, TORREGROSA A, BRUNTON J G. Post-bloom thinning of peaches for canning with hand-held mechanical devices [J]. Scientic-amsterdam, 2010, 125(4): 658-665.
- [12] 陆华忠, 李君, 杨洲, 等. 一种超声波对靶电动疏花疏果机:中国, ZL201110103322.5[P]. 2012-08-22.
- [13] 杨洲, 李君, 陆华忠, 等. 便于手调作业高度与角度的电动疏花疏果机及其使用方法:中国, ZL201110103734.9[P]. 2012-11-7.

【责任编辑 霍欢】

(上接第430页)

- [2] 李大和. 试论豉香型白酒独特风格的成因[J]. 酿酒科技, 2004(1):24-27.
- [3] 余乾伟. 传统白酒酿造技术[M]. 北京:中国轻工业出版社, 2010.
- [4] 高丽琼, 舒文娟, 高缘. D-最优混料设计优化阿莫罗芬自乳化基质乳膏及乳膏流变学研究[J]. 中南药学, 2010, 8(7):481-486.
- [5] HOLM R, JENSEN I H, SONNEREGGARD J. Optimization of self-microemulsifying drug delivery systems (SMEDDS) using a D-optimal design and the desirability function[J]. Drug Dev Ind Pharm, 2006, 32(9):1025-1032.
- [6] PETROVIC A, CVETKOVIAE N, TRAJKOVIC S, et al. Mixture design evaluation of drug release from matrix tablets containing carbomer and HPMC[J]. J Controlled Release, 2006, 116(2):104-106.
- [7] CHOPRA S, PATIL G V, MOTWANI S K. Release modulating hydrophilic matrix systems of losartan potassium: Optimization of formulation using statistical experimental design[J]. Eur J Pharm Biopharm, 2007, 66(1):73-82.
- [8] 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. GB/T 10345—2007 白酒分析方法[S]. 北京:中国标准出版社, 2007.
- [9] 郭累, 陈宇. 响应面法优化微波辅助提取浒苔多糖的工艺[J]. 食品科学, 2010, 31(14):53-57.
- [10] 姚东瑞, 郭累, 王淑军, 等. 樱桃籽中抗氧化物质的超声提取工艺及其抗氧化活性[J]. 食品与生物技术学报, 2012, 31(7):733-740.
- [11] 吴少辉, 叶伟娟, 黄雪莲, 等. 南五味子抑菌物质的优化提取及抑菌活性研究[J]. 食品与生物技术学报, 2012, 31(7):719-726.
- [12] 董家武. 安琪牌耐高温活性干酵母和生香活性干酵母在清香型大曲酒生产中的应用[J]. 酿酒, 2003, 30(3):68-69.
- [13] 郭本跃. 生香 ADY-TH-AADY、己酸菌液和糖化酶混合使用提高浓香型曲酒的质量[J]. 酿酒科技, 2002, 113(5):87-89.
- [14] 范彩霞, 梁文权. 神经网络多目标同步优化 HPMC 缓释片处方[J]. 中国药学杂志, 2004, 39(10):768-771.
- [15] HUANG Y B, TSAI Y B, WU P C, et al. Once-daily propranolol extended-release tablet dosage form: Formulation design and in vitro/in vivo investigation[J]. Eur J Pharm Biopharm, 2004, 58(3):607-614.
- [16] 王万能, 王东, 娄国平, 等. 多粮小曲清香型调味酒配方优化[J]. 重庆理工大学学报:自然科学, 2011, 21(9):20-24.
- [17] 张东平. 多粮型续米查清香型白酒生产技术初探[J]. 酿酒, 2012, 31(1):68-70.
- [18] 刘清飞, 罗国安, 王义明. 混料均匀设计法在灯盏花素骨架片处方配比中的应用研究[J]. 中成药, 2006, 28(5):632-635.
- [19] 袁军, 曾鹰, 向建敏, 等. 均匀设计法优化固体酒精的制备工艺[J]. 计算机与应用化学, 2006, 23(4):359-361.
- [20] 陈翔, 滕抗, 胡海洋, 等. 白酒酿造原料对酒体风味影响的试验及讨论[J]. 酿酒, 2008, 35(1):19-22.
- [21] 朱小乔, 刘通讯. 小麦麸皮的功能组分及其在食品中的开发应用[J]. 粮油食品科技, 2000, 8(6):18-21.

【责任编辑 霍欢】