

DOI:10.11937/bfyy.201605041

慕萨莱思酒及其酿造葡萄“和田红”中多酚类物质分布规律研究

王伟华, 胡萧梅

(塔里木大学 生命科学学院, 新疆生产建设兵团南疆特色农产品深加工重点实验室,
环塔里木生态农业协同创新中心, 新疆 阿拉尔 843300)

摘 要:以新疆民族传统饮品慕萨莱思酒及其特殊的酿造葡萄“和田红”为材料,采用乙醇提取、浓缩、纯化再浓缩的方法,研究多酚类物质的分布规律。结果表明:慕萨莱思酒中多酚分布规律为酒泥>酒上清液,酒泥中多酚含量为 6.28%;原花青素分布规律为酒泥>酒上清液,酒泥中原花青素含量为 4.59%;黄酮分布规律为酒泥>酒上清液,酒泥中黄酮含量为 0.47%;花色苷分布规律为酒泥>酒上清液,酒泥中花色苷含量为 0.000 2%。慕萨莱思的酿造葡萄“和田红”中多酚分布规律为籽>果皮>果肉,“和田红”葡萄籽中多酚含量为 0.166%;原花青素分布规律为籽>果皮>果肉,“和田红”葡萄籽中原花青素含量为 0.064%;黄酮分布规律为籽>果皮>果肉,“和田红”葡萄籽中黄酮含量为 0.038%;花色苷分布规律为籽>果皮>果肉,“和田红”葡萄籽中花色苷含量为 0.012 8%。该研究为阐述“和田红”葡萄和慕萨莱思酒的营养价值提供科学依据。

关键词:慕萨莱思酒;“和田红”葡萄;多酚类物质;分布规律

中图分类号:TS 262.61 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2016)05-0156-04

葡萄及葡萄制品中含有丰富的多酚类物质,包括多酚、花色苷类、黄酮类、原花青素类等,相关研究表明,多

酚类物质具有一定的抑菌、保护血管内皮细胞、抗氧化活性,保护心血管及抗癌作用^[1-5]。

慕萨莱思酒是新疆阿瓦提县流传千年的民族特色饮品,是以当地特殊葡萄品种“和田红”葡萄为原料,由传统的工艺秘制而成,经破碎压榨、熬煮后,利用独特环境空气中产生的酵母菌群发酵酿制^[6-8],含有大量对人体有益的维生素、氨基酸以及多酚类化合物等,不仅营养丰富,而且具有一定的养生功效,是保健品中的极品^[9-11]。关于慕萨莱思酒的报道,多集中于工艺改进和

第一作者简介:王伟华(1977-),女,吉林双阳人,博士,副教授,现主要从事食品质量安全等研究工作。E-mail:wangweihua6688@163.com.

基金项目:国家自然科学基金资助项目(31360409;31471667);新疆生产建设兵团“兵团英才”选拔培养工程资助项目(第一周期第三层次培养人选)。

收稿日期:2015-09-24

Optimization of Flavonoids Extraction Technology From *Artemisia integrifolia* L. by Ultrasound-microwave Enzyme Synergistic Method

SUN Haitao^{1,2}, SUN Ying¹, ZHU Yan¹, SHAO Xinru¹, JIANG Ruiping¹

(1. Development Engineering Center of Edible Plant Resources of Changbai Mountain, Tonghua Normal University, Tonghua, Jilin 134000;
2. College of Biological and Agricultural Engineering, Jilin University, Changchun, Jilin 130022)

Abstract: Taking *Artemisia integrifolia* L. as materials, on the basis of single factor experiment, the effect of ultrasonic and microwave factors on flavonoids from *Artemisia integrifolia* L. were studied by the response surface methodology with four factors and five levels to determined the optimum technology. The results showed that liquid-material ratio 26 : 1 mL/g, alcohol concentration 42%, ultrasonic power 538 W, and enzyme dosage 1.4%. In these conditions, the extraction rate of *Artemisia integrifolia* L. flavonoids was 5.42%. The extraction rate of *Artemisia integrifolia* L. flavonoids by ultrasound-microwave enzyme synergistic method was better than conventional water bath method.

Keywords: ultrasound; microwave; *Artemisia integrifolia* L.; flavonoids

微生物发酵的研究^[8,12-14],新疆维吾尔族人民常饮慕萨莱思酒,这种生活习惯是当地人民长寿、强健体魄、美容驻颜的主要因素之一,这与慕萨莱思酒中含有丰富的多酚类物质有关^[15],但关于慕萨莱思酒及其原料“和田红”葡萄中多酚类物质的种类、分布规律的研究却鲜见报道。该研究对新疆“和田红”葡萄的果皮、籽、果肉及慕萨莱思酒的酒上清液和酒泥中的多酚、原花青素、黄酮、花色苷等代表性的多酚类物质进行测定,以明确“和田红”葡萄及慕萨莱思酒中多酚类物质的分布规律,以期阐述慕萨莱思酒的营养价值提供科学依据,对提高产品的附加值,促进当地经济的发展具有重要的意义。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试材料慕萨莱思酒来源于新疆阿瓦提县刀郎慕萨莱思酒厂,新鲜“和田红”葡萄产自新疆和田地区。

没食子酸、葡萄籽原花青素和芦丁(均为标准品,纯度 $\geq 99.5\%$)(Sigma公司);无水乙醇、甲醇、正丁醇、亚硝酸钠、无水碳酸钠、Folin-Ciocalteu试剂、十二水硫酸铁铵、硝酸铝、氢氧化钠、氯化钾、氯化氢、硫酸(均为分析纯)(国药集团化学试剂有限公司);AB-8大孔树脂(天津南开合成科学技术公司)。

电热恒温水浴锅(上海恒科技有限公司)、电子天平(北京赛多利斯科学仪器有限公司)、紫外-可见分光光度计(上海舜宇恒平科学仪器有限公司)、旋转蒸发器、超声波清洗器、离心机(上海亚荣生化仪器厂)、pH计(上海仪电科学仪器股份有限公司)、大功率恒温磁力搅拌器(常州国华电器有限公司)、冻干机(北京博医康实验仪器有限公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 “和田红”葡萄不同部位样品的前处理 参照贾荣^[16]的方法,将“和田红”葡萄分离出果皮、籽和果肉,将果皮和籽冻干,粉碎,果肉匀浆处理,用60%的乙醇溶液浸提20 min,浸提2次,合并滤液,旋转蒸发进行浓缩,浓缩液经AB-8型大孔树脂纯化、浓缩后备用。

1.2.2 慕萨莱思酒样品的前处理 取一定量的慕萨莱思酒旋转蒸发除去乙醇,离心20 min,分离出酒上清和酒泥,烘干;乙醇浸提30 min,浸提2次,合并滤液,旋转蒸发进行浓缩,浓缩液经AB-8型大孔树脂纯化、浓缩后备用。

1.3 项目测定

1.3.1 多酚含量的测定 取备用样品0.2 mL至具塞试管中,加12 mL蒸馏水,混匀,加入1.5 mL Folin-Ciocalteu试剂,混匀后加入3 mL 20%碳酸钠溶液,定容至20 mL。以没食子酸(0、100、200、300、400、500 mg/L)作为标准样品,在765 nm下测定吸光值,绘制标准曲

线,计算样品溶液中的多酚浓度与含量^[16]。

1.3.2 原花青素含量的测定 取备用样品1~10 mL至具塞试管中,依次加入0.2 mL硫酸铁铵溶液、6 mL正丁醇-盐酸溶液,定容至20 mL摇匀,在95~97℃下水浴40 min,冷却,以葡萄籽原花青素(0.00、0.05、0.10、0.15、0.20、0.25、0.30 mg/mL)作为标准样品,在546 nm波长处测定其吸光度,绘制标准曲线,计算样品溶液中的原花青素的浓度与含量^[17]。

1.3.3 黄酮含量的测定 取备用样品1 mL置于10 mL具塞试管中,加60%乙醇溶液4 mL,加入0.3 mL 5% NaNO₂溶液,摇匀,立刻加入0.3 mL 10% Al(NO₃)₃溶液摇匀,放置5 min,加入2 mL 0.1 mol/L NaOH溶液,用60%乙醇定容到10 mL,摇匀,放置5 min,以芦丁(0.00、0.01、0.02、0.03、0.04、0.05 mg/mL)作为标准样品,在波长510 nm处测定吸光值,绘制标准曲线,计算样品溶液中的黄酮类物质浓度与含量^[18]。

1.3.4 花色苷含量的测定 采用pH示差法测定花色苷的含量^[19-20]。取备用样品1 mL,加pH 1.0的缓冲液9 mL,平衡120 min,在波长520 nm测定吸光度值。由经验公式计算出含量,花色苷的质量浓度C(mg/L)的计算方法如下:

$$\text{花色苷含量 } C(\text{mg/L}) = \frac{A \times MW \times DF \times 10^3}{\epsilon \times l}, \text{式}$$

中:MW(分子量)=493.2 g/mol(锦葵色素-3-葡萄糖苷);DF,稀释倍数;l,光程的厘米数;ε,摩尔消光系数(锦葵色素-3-葡萄糖苷)。

1.4 数据分析

利用Microsoft Excel 2003软件进行数据分析和作图。

2 结果与分析

2.1 标准曲线的绘制

2.1.1 多酚含量标准曲线的绘制 试验得出的拟合回归方程为 $y=0.0015x-0.0087(R^2=0.9988^{**})$,表明没食子酸在质量浓度为0~500 mg/L范围内与其吸光度呈良好的线性关系,符合朗伯-比尔定律,该方程可用于“和田红”葡萄果皮、籽、果肉及慕萨莱思酒上清液与酒泥样品多酚含量的测定。

2.1.2 原花青素含量标准曲线的绘制 试验得出的拟合回归方程为 $y=2.3666x+0.0172(R^2=0.9985^{**})$,表明原花青素在质量浓度为0~0.30 mg/mL范围内与其吸光度呈良好的线性关系,符合朗伯-比尔定律,该方程可用于“和田红”葡萄果皮、籽、果肉及慕萨莱思酒上清液与酒泥样品原花青素含量的测定。

2.1.3 黄酮含量标准曲线的绘制 试验得出的拟合回归方程为 $y=10.789x+0.0031(R^2=0.9999^{**})$,表明黄酮在质量浓度为0~0.05 mg/mL范围内与其吸光度

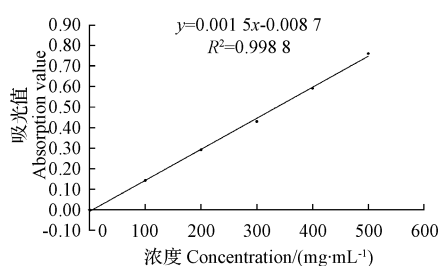


图1 多酚测定标准曲线

Fig. 1 Standard curve for determination of polyphenols

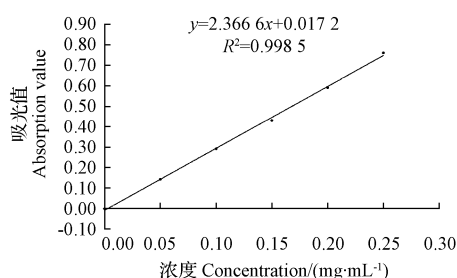


图2 原花青素测定标准曲线

Fig. 2 Standard curve for determination of procyanidin

呈良好的线性关系,符合朗伯-比尔定律,该方程可用于“和田红”葡萄果皮、籽、果肉及慕萨莱思酒上清液与酒泥样品黄酮含量的测定。

2.2 “和田红”葡萄中多酚类物质的分布规律

分别对“和田红”葡萄果皮、籽、果肉中多酚、原花青素、黄酮、花色苷的含量进行测定,由图4可以看出,“和田红”葡萄中多酚类物质的含量分布规律为:多酚>原花青素>黄酮>花色苷,这4类物质主要集中分布在“和田红”葡萄的籽中,其次是果皮,果肉中含量最少。“和田红”葡萄果皮、籽、果肉中多酚类活性物质含量分布规律为,“和田红”葡萄多酚类:籽>果皮>果肉,葡萄籽中多酚含量为0.166%;原花青素:籽>皮>肉,葡萄籽中原花青素含量为0.064%;黄酮:籽>果皮>果肉,葡萄籽中黄酮含量为0.038%;花色苷:籽>果皮>果肉,葡萄籽中花色苷含量为0.0128%。“和田红”葡萄中多酚类物质的分布总规律为:籽>果皮>果肉,这与植物在生长过程中多酚类在不同部位的富集程度有关,也与当地生境有关,新疆早晚温差大、日照时间长,降水量少,可能导致更多营养物质的积累,因此新疆“和田红”葡萄是一种优秀的酿酒原料。

2.3 慕萨莱思酒中多酚类物质的分布规律

对慕萨莱思酒的酒上清液和酒泥中多酚、原花青素、黄酮、花色苷的含量进行测定,由图5可知,慕萨莱思酒中多酚类物质的分布规律为多酚>原花青素>黄酮>花色苷,这4类物质在慕萨莱思酒的酒上清液中含量低于酒泥中的含量。慕萨莱思酒中多酚类物质的分布规律为,多酚类:酒泥>酒上清液,酒泥中多酚含量为6.28%;原

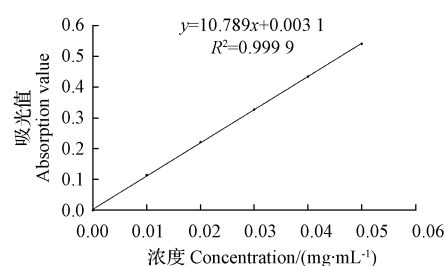


图3 黄酮测定标准曲线

Fig. 3 Standard curve for determination of flavone

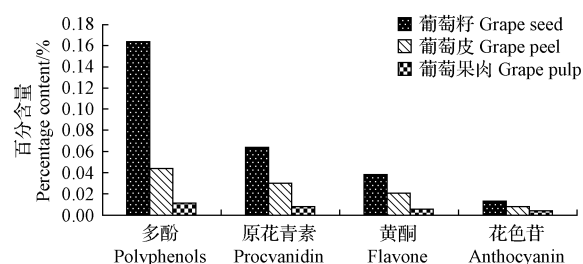


图4 “和田红”葡萄果皮、籽、果肉中多酚类物质的分布规律

Fig. 4 Polyphenols distribution in grape peel, seed and pulp of Hetianhong grape variety

花青素:酒泥>酒上清液,酒泥中原花青素含量为4.59%;黄酮:酒泥>酒上清液,酒泥中黄酮含量为0.47%;花色苷:酒泥>酒上清液,酒泥中花色苷含量为0.0002%。慕萨莱思酒中多酚类物质的含量不仅与其在葡萄中的含量与分布有关,而且与浸出率也密切相关。

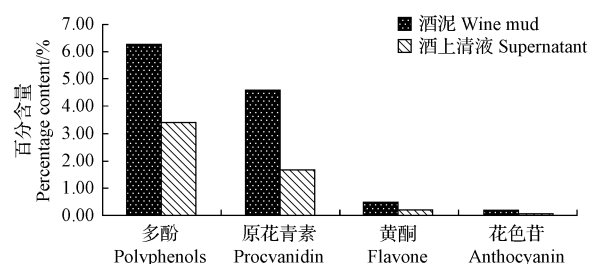


图5 慕萨莱思酒上清液、酒泥中多酚类物质分布规律

Fig. 5 Polyphenols distribution in supernatant and wine mud of Musalais

3 结论与讨论

该研究通过对新疆独特的发酵饮品慕萨莱思酒及其酿造葡萄“和田红”中多酚类物质含量进行测定,进而阐述其分布规律。结果表明,多酚类物质主要集中在“和田红”葡萄籽中,而慕萨莱思酒中多酚类物质主要集中在酒泥中。慕萨莱思酒中多酚类物质的含量总体上高于其酿造葡萄“和田红”中的含量,这可能与慕萨莱思酒独特的酿造工艺有关,慕萨莱思酒的酿造工艺是将整个葡萄进行2次熬煮后发酵的,这期间葡萄皮和葡萄

籽都不去除,发酵过程中能够将葡萄中的多酚类物质充分的溶解出来,导致酒中的多酚含量较高,但慕萨莱思酒经过蒸煮工艺,会使酒体成浑浊状态,多酚类物质在其中,放置后会分层,多酚类物质会沉淀在酒泥中,但新疆维吾尔自治区人民喝慕萨莱思酒是将酒体摇匀后才饮用的,这种饮用方式能够将慕萨莱思酒中的多酚类物质充分加以利用,这也是新疆维吾尔自治区人民美容、长寿的原因。该研究通过探索慕萨莱思酒及其酿造葡萄中多酚类物质的分布规律,进而为慕萨莱思酒生产工艺、饮用习惯的科学性提供了理论证据。

参考文献

- [1] 李建慧,马会勤,陈尚武. 葡萄多酚抑菌效果的研究[J]. 中国食品学报,2008,8(2):100-107.
- [2] 高维明,张会临. 山葡萄多酚对血管内皮细胞损伤的保护作用[J]. 中国公共卫生,2006,22(6):715-716.
- [3] 吕禹泽,宋钰,吴国宏,等. 葡萄多酚的抗氧化活性[J]. 食品科学,2006,27(12):213-216.
- [4] 陶冶,杨晓. 多酚类物质对心脑血管保护作用的研究进展[J]. 中国医药指南,2011,9(20):226-228.
- [5] 夏兰兰,张雅丽,朱磊,等. 葡萄籽多酚化合物抗氧化能力与抗癌细胞增殖活性的评价[J]. 食品科技,2011,36(11):174-179.
- [6] 张新民. 南疆一本就 GO[M]. 北京:科学出版社,2011.
- [7] 《走遍中国》编辑部. 走遍中国:新疆(第3版)[M]. 北京:中国旅游出版社,2014.
- [8] 朱丽霞,李红梅,郭东起,等. 新疆慕萨莱思自然发酵过程中酵母菌表型多样性及优势菌分析[J]. 食品科学,2012,33(7):142-147.
- [9] 朱丽霞,甄文,王丽玲,等. 新疆慕萨莱思感官特性定量描述分析[J]. 食品科学,2013,34(1):38-44.
- [10] 朱丽霞,侯旭杰,许倩. 新疆慕萨莱思葡萄酒品质分析初探[J]. 酿酒科技,2008(6):68-71.
- [11] ZHU L, WANG L, SONG H, et al. Qualitative analysis of the main aroma compounds associated with traditional Musalais processing in Xinjiang, China [J]. Journal of the Institute of Brewing, 2012, 118(2):236-242.
- [12] 李虎,赵爱辉,周辉,等. 果胶酶对慕萨莱思葡萄酒澄清效果的研究[J]. 中国食品添加剂,2014(5):100-104.
- [13] 杨保求,薛菊兰,周生杰,等. 慕萨莱思高产酒精酵母菌群体耐酒特性分析[J]. 食品工业,2013,34(5):145-148.
- [14] 薛菊兰,程玉来,张佰清,等. 慕萨莱思酿酒酵母产果胶酶及 β -葡萄糖苷酶定性分析[J]. 食品科学,2013,34(19):166-169.
- [15] 王伟华,韩占江. 新疆慕萨莱思酒天然活性成分的代谢组学研究进展:以原花青素为例[J]. 食品安全质量检测学报,2013,4(6):1810-1814.
- [16] 贾荣. 山葡萄籽多酚提取物及抗氧化活性的研究[D]. 长春:吉林大学,2010.
- [17] 周玮婧. 荔枝皮原花青素的提取、纯化以及抗氧化活性研究[D]. 武汉:华中农业大学,2010.
- [18] 刘江,周荣琪. 竹叶提取物总黄酮含量测定方法的改进[J]. 食品科技,2005(7):76-79.
- [19] 章谷成,袁海娜,肖功年. 超声波法制备紫葡萄皮花色苷[J]. 浙江科技学院学报,2011,23(4):289-292.
- [20] 李凤英,崔蕊静,李春华. 从葡萄皮中提取多酚物质[J]. 食品与发酵工业,2005,31(4):147-149.

Study on Polyphenols Distribution in Musalais and Its Wine Grape ‘Hetianhong’

WANG Weihua, HU Xiaomei

(College of Life Science, Tarim University/Xinjiang Production and Construction Corps Key Laboratory of Deep Processing of Agricultural Products in South Xinjiang, Collaborative Innovation Center for Eco-Agriculture Around Tarim Basin, Alar, Xinjiang 843300)

Abstract: Taking Musalais, Xinjiang ethnic traditional drink and its special wine grape ‘Hetianhong’ as materials, using methods of ethanol extraction, concentration, purification and concentration to polyphenols distribution. The results showed as follows: polyphenol distribution in Musalais appeared as wine mud > supernatant, and polyphenol content of liquor mud was 6.28%. Procyanidin distribution appeared as wine mud > supernatant, and procyanidin content of wine mud of was 4.59%. Flavonoid distribution appeared as wine mud > supernatant, and flavonoids content of liquor mud was 0.47%. Anthocyanin distribution appeared as wine mud > supernatant, and anthocyanin content of wine mud was 0.0002%. Polyphenol distribution in Musalais wine grape ‘Hetianhong’ appeared as seed > peel > pulp, and polyphenol content of ‘Hetianhong’ seed was 0.166%. Procyanidin distribution appeared as seed > peel > pulp, and procyanidin content of ‘Hetianhong’ seed was 0.064%. Flavonoid distribution appeared as seed > peel > pulp, and flavonoids content of ‘Hetianhong’ seed was 0.038%. Anthocyanin distribution appeared as seed > peel > pulp, and anthocyanin content of ‘Hetianhong’ seed was 0.0128%. This study provided a scientific basis for nutritional values of ‘Hetianhong’ grape and Musalais.

Keywords: Musalais; ‘Hetianhong’ grape; polyphenols; distribution