

DOI:10.11937/bfyy.201621002

遮光处理对酿酒葡萄和葡萄酒中 白藜芦醇含量的影响

倪志婧^{1,2}, 王 薇^{1,2}, 宋长冰¹, 马文平¹, 陈海魁¹, 魏兆军²

(1. 北方民族大学 生物科学与工程学院, 宁夏 银川 750021; 2. 合肥工业大学 食品科学与工程学院, 安徽 合肥 230009)

摘 要:白藜芦醇是一种多酚类化合物,具有多种药理活性,如抗癌、抗自由基等多种药效和保健功能。该试验以宁夏回族自治区贺兰山东麓酿酒葡萄和葡萄酒为试材,选取3个葡萄品种(“梅鹿辄”“赤霞珠”“霞多丽”)进行4种遮光处理,分别为未遮光(对照组)、40%、50%、60%遮光率。然后采用Agilent 1200高效液相色谱(HPLC)进行白藜芦醇的测定,以Zorbax Eclipse XDB-C18色谱柱为分析柱,乙腈-超纯水溶液(30:70,V/V)为流动相梯度洗脱,在流速为1.0 mL·min⁻¹,柱温为21℃,检测的波长306 nm的条件下进行分析测定。结果表明:葡萄和葡萄酒2组试验中,白藜芦醇的含量都是一样的变化趋势,它的含量大小依次是对照组>40%遮光率>50%遮光率>60%遮光率;说明白藜芦醇的含量与光照强度有关,光强越强白藜芦醇的含量越高。

关键词:葡萄;葡萄酒;白藜芦醇;HPLC

中图分类号:S 663.105⁺.9 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2016)21-0006-06

白藜芦醇(resveratrol,简称Res)是一类多酚化合物,是植物体内受到了病原体侵染或者在恶劣环境条件

下,植物体内自身分泌的一种抗毒素,白藜芦醇主要存在于葡萄、虎杖、花生、藜芦等植物中^[1]。白藜芦醇一般有4种存在形式:反、顺式白藜芦醇和反、顺式白藜芦醇糖苷,在自然界中大多是以其单体及糖苷的形式存在,主要以反式构象存在,在一定条件紫外线的照射下,反式构象能转化成顺式构象^[2]。其对人体细胞具有抑制癌细胞、降低血脂、防治心血管疾病、抗氧化、延缓衰老等作用,在药用方面具有重要的应用价值^[3-7]。

宁夏贺兰山东麓于北纬地理位置优越,该地区温度不高,有利于葡萄浆果缓慢而充分成熟,葡萄中的香气和酚类物质能得到充分的积累,从而使糖酸、酚类物质平衡。葡萄属植物中的白藜芦醇是一种抗逆性抗毒素

第一作者简介:倪志婧(1982-),女,回族,博士,讲师,研究方向为植物采后生理及葡萄酒酿造。E-mail:lovebear@vip.163.com.

责任作者:王薇(1978-),女,回族,宁夏银川人,博士,讲师,现主要从事葡萄酒发酵酿造等研究工作。E-mail:13895117590@163.com.

基金项目:宁夏回族自治区自然科学基金资助项目(NZ13090);北方民族大学校级科研资助项目(21500825);国家科技支撑计划资助项目(2013BAD09B03)。

收稿日期:2016-07-21

Abstract: Terroir determines the wine quality and characteristics, soil factors are involved in the wine grape berries phenolic compounds biosynthesis, the maturity of wine grape is significantly difference under different soil types, at the same climatic conditions, the influence of soil types on the quality of wine grape is larger in the same region. ‘Cabernet Sauvignon’ grape was used as test material, the grape maturity and quality were analyzed in eastern foot of Helan Mountain. The results showed that the maturity and quality index of wine grape by producing in three typical soils at eastern foot region of Helan Mountain, the mature period of wine grape was the earliest in the aeolian soil, also the sugar content, soluble solids, sugar acid ratio and anthocyanin contents of wine grape were the highest. The mature period of wine grape was moderate in the sierozem soil, the content of total phenol and tannin were significantly improved. However mature period of wine grape was longer in the irrigation-warping soil, it could increase the acidity of fruit, and the quality indexes of grape decreased.

Keywords: eastern foot of Helan Mountain; soil type; wine grape; quality

物质,白藜芦醇在葡萄中含量丰富,特别是在葡萄皮和葡萄籽中的含量尤其丰富^[8]。酿酒葡萄的品种、地理环境和酿造工艺等多种因素都对葡萄酒中白藜芦醇含量存在影响^[9]。白藜芦醇是代表未来发展方向的植物天然提取物添加剂,白藜芦醇产品将成为发展潜力巨大的产业方向之一。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试葡萄品种“梅鹿辄”“赤霞珠”“霞多丽”产自贺兰山东麓葡萄产区位于银川平原的西部边缘,供试遮阳

表 1

葡萄和葡萄酒样遮光处理

Table 1 Shading treatment on wine grape and grape wine

样品 Sample	未遮光处理 No shading treatment	40%遮光率处理 40% shading treatment	50%遮光率处理 50% shading treatment	60%遮光率处理 60% shading treatment
“梅鹿辄”葡萄 Grape ‘Merlot’	“梅鹿辄”对照组(MCK)	“梅鹿辄”(M2)	“梅鹿辄”(M3)	“梅鹿辄”(M6)
“赤霞珠”葡萄 Grape ‘Cabernet Sauvignon’	“赤霞珠”对照组(CCK)	“赤霞珠”(C2)	“赤霞珠”(C3)	“赤霞珠”(C6)
“梅鹿辄”葡萄酒 Grape wine ‘Merlot’	“梅鹿辄”对照组(mCK)	“梅鹿辄”(m2)	“梅鹿辄”(m3)	“梅鹿辄”(m6)
“赤霞珠”葡萄酒 Grape wine ‘Cabernet Sauvignon’	“赤霞珠”对照组(cCK)	“赤霞珠”(c2)	“赤霞珠”(c3)	“赤霞珠”(c6)
“霞多丽”葡萄酒 Grape wine ‘Chardonnay’	“霞多丽”对照组(xCK)	“霞多丽”(x2)	“霞多丽”(x3)	“霞多丽”(x6)

1.3 项目测定

1.3.1 反式白藜芦醇标样的制备 反式白藜芦醇标样的制备:称取 10.0 mg 反式白藜芦醇于 10 mL 棕色容量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度,终浓度为 $1.0 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 存放在冰箱中备用。

1.3.2 反式白藜芦醇标准系列溶液制备 反式白藜芦醇标准系列溶液制备:用甲醇将反式白藜芦醇标准储备溶液稀释成 10.0、5.0、2.0、1.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 标准系列溶液,分别得到母液体积为 10、20、50、100 mL,置于冰箱中备用。

1.3.3 标准曲线的测定 设置色谱条件:色谱柱柱温为 21 $^{\circ}\text{C}$;流动相体积比为乙腈:超纯水=30:70;流速为 $0.1 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$;紫外检测波长为 306 nm^[10-11];进样量为 20 μL 。

1.3.4 葡萄中白藜芦醇的提取 称取 5 g 葡萄样品加入适量的乙酸乙酯研磨成浆;用超声波将葡萄浆超声均质 30 min;将所得提取液经砂芯漏斗过滤;用旋转蒸发器加热蒸至近干,将近干的样品用甲醇溶解,移入棕色容量瓶中定容至 10 mL 备用,避光操作^[11-12]。

1.3.5 葡萄中白藜芦醇的测定 将高效液相色谱仪流速调为 $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 打开泵进行梯度洗脱色谱柱 30 min;将测定时间调为 7 min;进样,将 50 μL 注射器进行润洗,然后将白藜芦醇样品逐一进样测定。

1.3.6 葡萄酒中白藜芦醇的提取 将葡萄酒样 20 mL 移入分液漏斗中,用乙酸乙酯 35 mL 萃取酒样,取上清液移入 10 mL 棕色容量瓶中定容至刻度;用旋转蒸发器

网购自河北安平旭泰遮阳网防护网厂。

Agilent 1200 高效液相色谱仪,Zorbax Eclipse XDB-C18 $150 \times 4.6 \text{ mm}$, 5 μm column (P/N 993967-902/5063-6600) 色谱柱作为分析柱。

1.2 试验方法

分别设置 40%、50%、60%遮光处理(表 1),以未遮光处理为对照(CK)。每处理设置 3 个重复试验小区,采样后放入保鲜袋,装入低温绝热采样箱,同时采浆果 15 kg 进行小型酿酒试验。

器加热蒸至近干,将近干的样品用甲醇溶解,移入棕色容量瓶中,待用。避光操作。

1.3.7 葡萄酒中白藜芦醇的测定 将高效液相色谱仪流速调为 $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$,打开泵进行梯度洗脱色谱柱 30 min;将测定时间调为 7 min;将 50 μL 注射器进行润洗,然后将白藜芦醇样品逐一进样测定。

2 结果与分析

2.1 白藜芦醇标准样品的时间测定及其定量关系

以 $1.0 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 白藜芦醇标准溶液作为母液,用甲醇分别稀释成 10.0、5.0、2.0、1.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 标准系列溶液,进样测定出白藜芦醇标准液的出峰时间。经试验测定反式白藜芦醇的出峰时间为 4.5~6.2 min,见图 1。

试验表明,以峰面积(Y)为纵坐标,反式白藜芦醇的浓度(X)为横坐标,得到的回归方程 $y=ax+b$,在 1.0~10.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 浓度的色谱峰面积与其溶液浓度存在良好的线性关系,其回归方程为 $y=84.248x-2.6658$,相关系数 $R^2=0.9993$ 。其相关系数适宜测定其它各种不同含量白藜芦醇的样品。

2.2 遮光处理后酿酒葡萄及葡萄酒中白藜芦醇的含量

2.2.1 遮光处理后酿酒葡萄中白藜芦醇的含量 试验测定的酿酒葡萄样品是“梅鹿辄”和“赤霞珠”,在其生长成熟期就开始进行未遮光处理(对照组)(图 2a)、40%遮光率(图 2b)、50%遮光率(图 2c)、60%遮光率(图 2d)的不同程度处理,并测定葡萄中白藜芦醇含量的变化,对“梅鹿辄”葡萄(M)白藜芦醇峰面积见图 2,由峰面积折算的白藜

芦醇含量见表 2。表明“梅鹿辄”对照组(MCK)的白藜芦醇的含量最高,而遮光处理后的“梅鹿辄”葡萄中白藜芦醇的含量随着遮光处理的增强而减少。而“赤霞珠”葡萄结

果同样(表 3、图 3),对照组(CCK)中白藜芦醇的含量最高,遮光处理后的“赤霞珠”葡萄中白藜芦醇的含量也随着遮光程度的增强而减少。

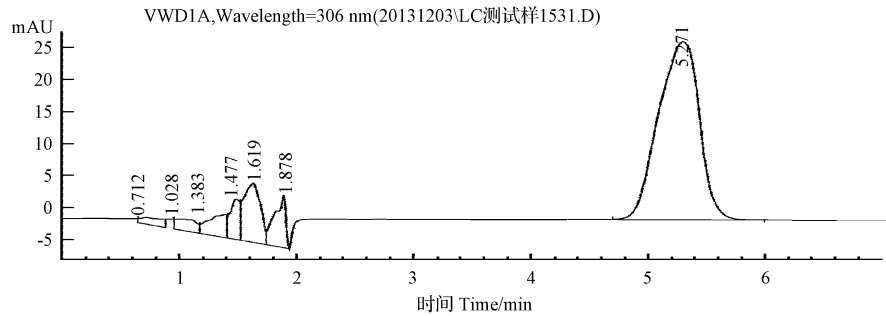
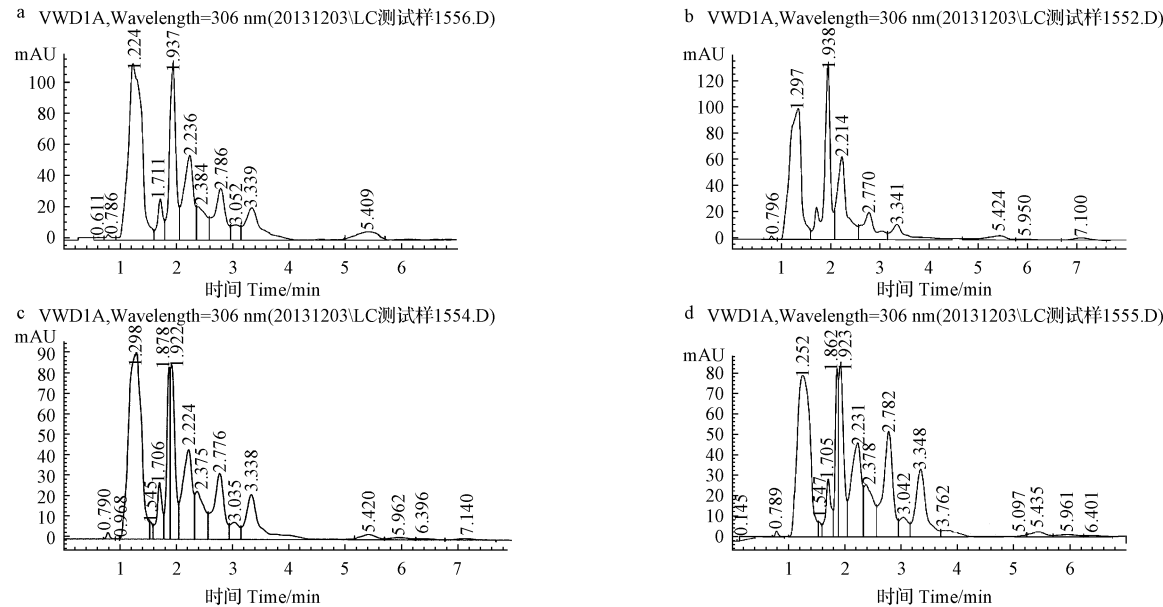


图 1 白藜芦醇峰面积

Fig. 1 Resveratrol peak area map



注:a. 对照;b. 40%遮光处理;c. 50%遮光处理;d. 60%遮光处理。下同。

Note:a. CK;b. 40% shading treatment;c. 50% shading treatment;d. 60% shading treatment. The same below.

图 2 不同遮光率“梅鹿辄”葡萄峰面积图

Fig. 2 Peak area of ‘Merlot’ under different shading rate

表 2 “梅鹿辄”(M)葡萄中白藜芦醇的含量

Table 2 Content of resveratrol in ‘Merlot’

遮光处理	对照组(MCK)	40%遮光率(M2)	50%遮光率(M3)	60%遮光率(M6)
Shading treatment	No shading treatment	40% shading treatment	50% shading treatment	60% shading treatment
峰面积 Peak area	172.42	100.16	49.98	43.66
含量 Content/($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	4.15	2.43	1.24	1.09

表 3 “赤霞珠”(C)葡萄中白藜芦醇的含量

Table 3 Content of resveratrol in ‘Cabernet Sauvignon’

遮光处理	对照组(CCK)	40%遮光率(C2)	50%遮光率(C3)	60%遮光率(C6)
Shading treatment	No shading treatment	40% shading treatment	50% shading treatment	60% shading treatment
峰面积 Peak area	361.25	273.34	189.12	165.72
含量 Content/($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	8.63	6.54	4.54	3.99

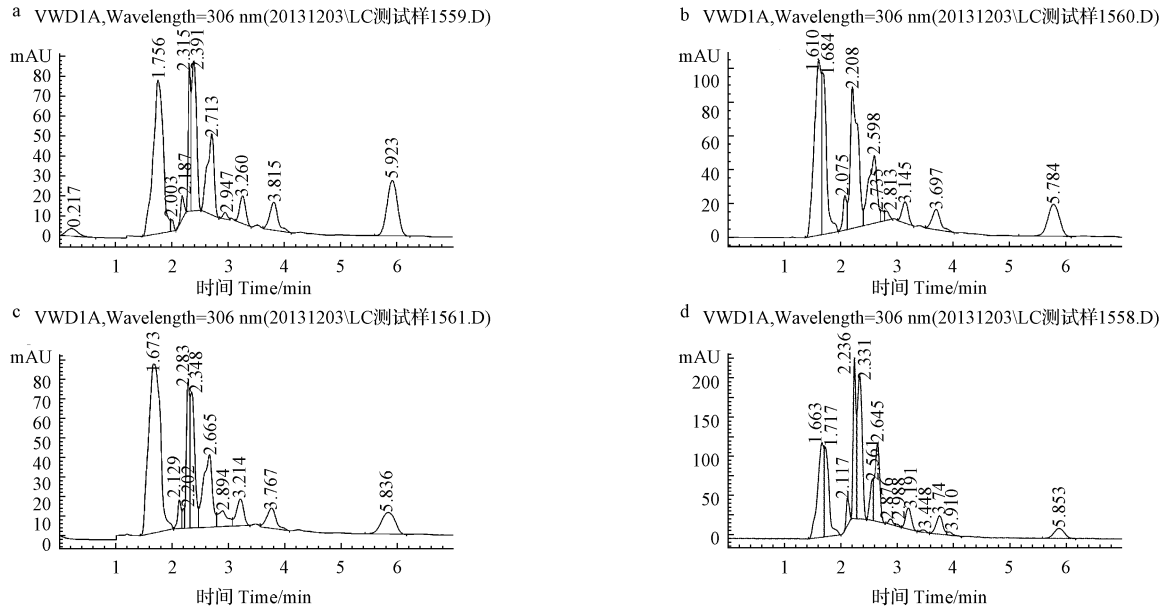


图 3 不同遮光率“赤霞珠”葡萄峰面积图

Fig. 3 Peak area of ‘Cabernet Sauvignon’ under different shading rate

2.2.2 遮光处理后葡萄酒中白藜芦醇的含量 葡萄酒样品为“梅鹿辄”“赤霞珠”和“霞多丽”,经过未遮光处理(对照组)、40%遮光率、50%遮光率、60%遮光率不同处理,“梅鹿辄”葡萄酒(m)中白藜芦醇峰面积见图 4,由峰

面积折算的“梅鹿辄”葡萄酒白藜芦醇的含量见表 4,表明“梅鹿辄”葡萄酒对照组(mCK)中白藜芦醇的含量最高,40%遮光率的葡萄酒白藜芦醇含量次之,50%~60%遮光率的葡萄酒白藜芦醇含量逐渐减少。“赤霞

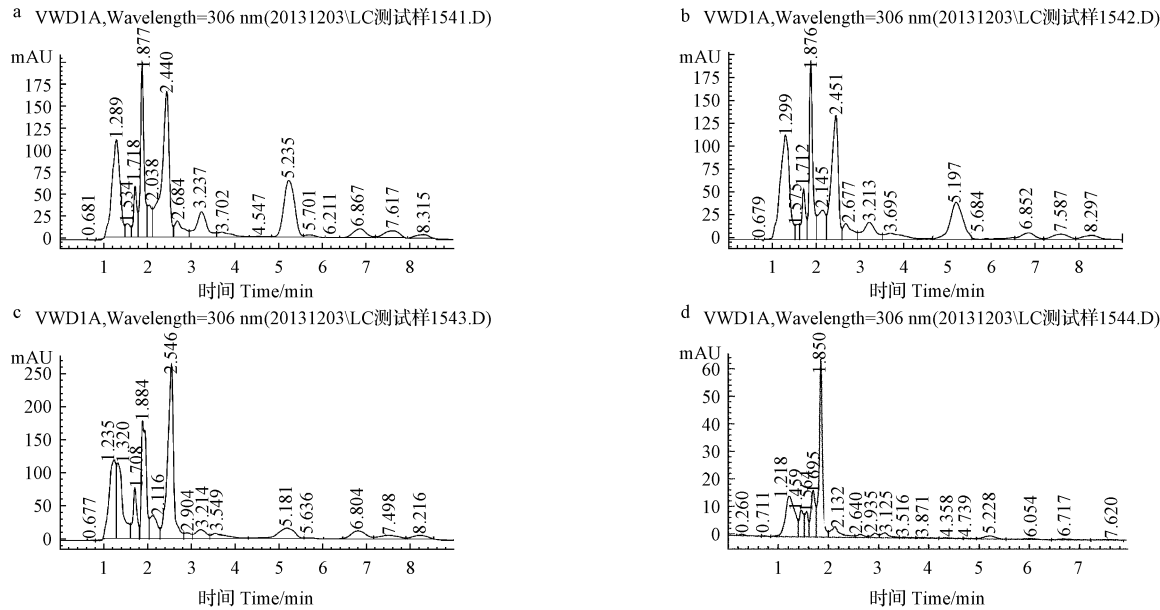


图 4 不同遮光率“梅鹿辄”葡萄酒峰面积

Fig. 4 Peak area of ‘Merlot’ wine under different shading rate

表 4 “梅鹿辄”葡萄酒(m)中的白藜芦醇含量

Table 4 Content of resveratrol in ‘Merlot’ wine

遮光处理	对照组(mCK)	40%遮光率(m2)	50%遮光率(m3)	60%遮光率(m6)
Shading treatment	No shading treatment	40% shading treatment	50% shading treatment	60% shading treatment
峰面积 Peak area	835.77	662.18	541.21	412.27
含量 Content/(mg·mL ⁻¹)	4.97	3.94	3.22	2.46

珠”葡萄酒(c)中白藜芦醇峰面积见图 5,由峰面积折算的“赤霞珠”葡萄白藜芦醇含量见表 5,表明对照组(cCK)中白藜芦醇含量最高,40%遮光率的葡萄酒白藜芦醇含量次之,50%~60%遮光率葡萄酒的含量逐渐减少。“霞多丽”葡萄酒(x)中白藜芦醇峰面积见图 6,由峰面积折

算的白藜芦醇含量见表 6,表明“霞多丽”葡萄酒对照组(xCK)中白藜芦醇的含量最高,其次是 40%遮光率的葡萄,再次是 50%遮光率的含量,60%遮光率的葡萄酒中没有测出白藜芦醇的含量。

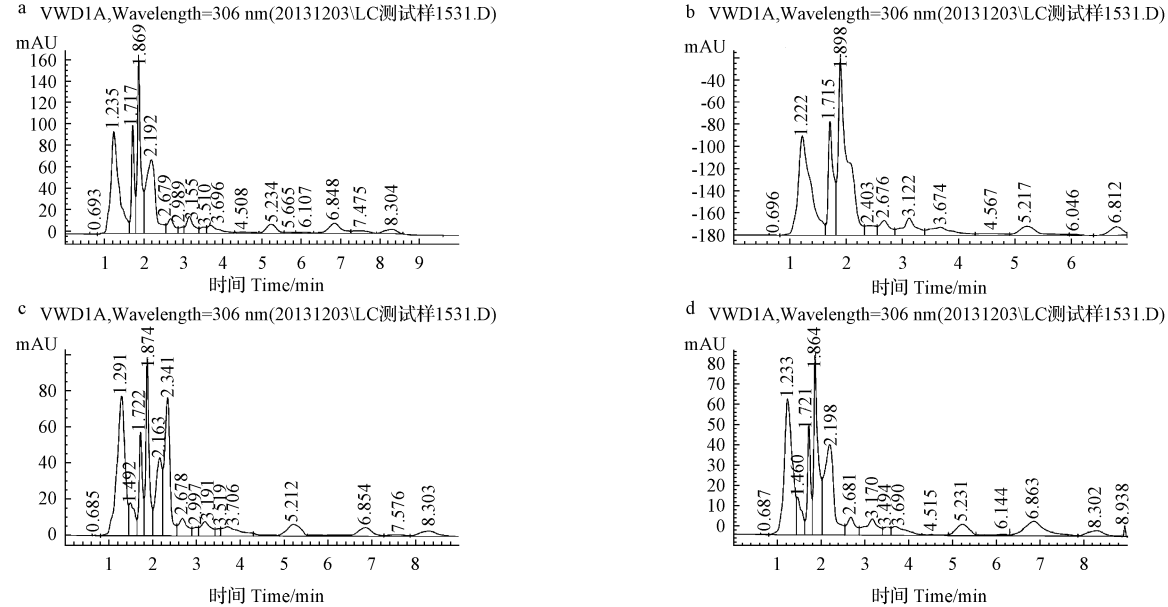


图 5 不同遮光率“赤霞珠”葡萄酒的峰面积

Fig. 5 Peak area of 'Cabernet Sauvignon' wine under different shading rate

表 5 “赤霞珠”葡萄酒(c)中的白藜芦醇含量
Table 5 Content of resveratrol in 'Cabernet Sauvignon' wine

遮光处理	对照组(cCK)	40%遮光率(c2)	50%遮光率(c3)	60%遮光率(c6)
Shading treatment	No shading treatment	40% shading treatment	50% shading treatment	60% shading treatment
峰面积 Peak area	202.87	188.55	151.86	124.14
含量 Content/(mg·mL ⁻¹)	1.22	1.13	0.91	0.75

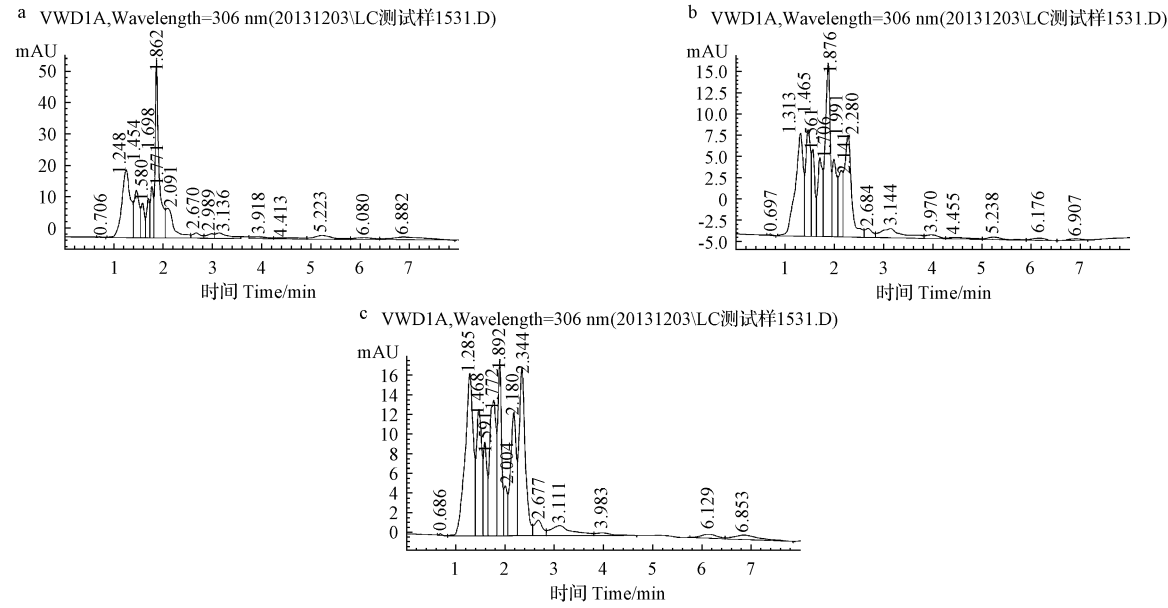


图 6 不同遮光率“霞多丽”葡萄酒峰面积

Fig. 6 Peak area of 'Chardonnay' wine under different shading rate

表 6

“霞多丽”葡萄酒(x)中的白藜芦醇含量

Table 6

Content of resveratrol in ‘Chardonnay’ wine

遮光处理	对照组(xCK)	40%遮光率(x2)	50%遮光率(x3)	60%遮光率(x6)
Shading treatment	No shading treatment	40% shading treatment	50% shading treatment	60% shading treatment
峰面积 Peak area	31.18	18.15	5.61	0
含量 Content/(mg·mL ⁻¹)	0.20	0.12	0.05	0

3 结论

试验表明,“赤霞珠”葡萄中白藜芦醇含量高于“梅鹿辄”的含量。而在葡萄酒中“梅鹿辄”含量要高于“赤霞珠”的含量,与葡萄中的含量刚好相反。出现这种情况,可能是在酿酒过程中某些因素影响了白藜芦醇含量的变化,这些试验现象今后还有待研究探索。“霞多丽”葡萄酒试验表明,白葡萄中白藜芦醇的含量比红葡萄中含量低,这与俞然等^[13]的研究结果相符。

经过试验分析,葡萄和葡萄酒中的白藜芦醇含量的变化趋势均为对照组>40%遮光率的葡萄>50%遮光率的葡萄>60%遮光率的葡萄。白藜芦醇的含量随着光照强度的减弱而减少。说明酿酒葡萄和葡萄酒中白藜芦醇的含量受光照强度的影响,光照强度越强,其白藜芦醇的含量越高;光照强度越弱,白藜芦醇的含量越低。

参考文献

- [1] 姜瑞清,黎继烈.白藜芦醇分离纯化及检测技术研究进展[J]. Journal of Chinese Medicinal Materials, 2007, 30(3): 367-369.
- [2] 李华,张予林,袁春龙,等.葡萄与葡萄酒中白藜芦醇分析方法的研

究现状[J]. 中国食品学报, 2005, 5(1): 104-108.

- [3] 邵海燕,于震宇,陈杭君,等.白藜芦醇功能和作用机理研究进展[J]. 中国食品学报, 2006, 6(1): 411-413.
- [4] 毕海丹.白藜芦醇提取及分离纯化技术的研究进展[J]. 食品工程, 2009(1): 15-18.
- [5] 李亚静.白藜芦醇的研究进展[J]. 云南化工, 2010, 37(5): 70-72.
- [6] 李燕,刘军海.白藜芦醇提取及分离纯化研究进展[J]. 粮食与油脂, 2009(5): 37-39.
- [7] 陶春妙,陶朝鹏.白藜芦醇研究进展[J]. 化工时刊, 2005, 19(7): 7-8.
- [8] 韩国民,陈锋,侯敏,等.葡萄酒中14种单体酚的高效液相色谱测定[J]. 食品科学, 2011, 32(2): 180-182.
- [9] 孙传艳.葡萄组织中白藜芦醇提取工艺优化及含量差异性分析[D]. 济南:山东轻工业学院, 2011.
- [10] 葡萄酒果酒通用分析方法[S]. 中华人民共和国国家标准, 2007.
- [11] 夏海武,谭志静,苗永美,等.高效液相色谱法测定虎杖中白藜芦醇的含量[J]. 湖北农业科学, 2011, 50(4): 825-827.
- [12] 陈雷,韩雅珊.葡萄不同组织中白藜芦醇含量的差异[J]. 园艺学报, 1999(26): 188-199.
- [13] 俞然,尹吉泰,邢凯,等.葡萄品种、产区及酿造工艺对酒中白藜芦醇的影响[J]. 中外葡萄与葡萄酒, 2009(7): 17-18.

Effects of Shading on Resveratrol in Wine Grape and Grape Wine

NI Zhijing^{1,2}, WANG Wei^{1,2}, SONG Changbing¹, MA Wenping¹, CHEN Haikui¹, WEI Zhaojun²

(1. Biological Science and Engineering College, Beifang University of Nationalities, Yinchuan, Ningxia 750021; 2. School of Food Science and Engineering, Hefei University of Technology, Hefei, Anhui 230009)

Abstract: Resveratrol is a kind of polyphenol compounds, which has many pharmacological activities, such as anti-cancer and anti-free radical etc. Now the wine grape and grape wine from Ningxia Hui autonomous region were chosen as experiment material, three grapes (‘Merlot’, ‘Cabernet Sauvignon’ and ‘Chardonnay’) were dealt with four kinds of shading, which were no shading treatment (control group), 40%, 50% and 60% shading level respectively. And then by Agilent 1200 high performance liquid chromatography (HPLC) for the determination of resveratrol, Zorbax Eclipse XDB-using C18 chromatographic column for the analysis, acetonitrile-ultrapure water solution (30 : 70, V/V) as mobile phase elution equal degree, flow rate of 1.0 mL · min⁻¹, column temperature of 21 °C, detection wavelength was 306 nm. The results showed that the grape and wine in the two groups had the same change trend with resveratrol, its content was follows, control group>40%>50%>60%. Showing that the content of resveratrol had the relationship with the light intensity, the higher the light intensity, the more the content of resveratrol.

Keywords: grapes; wine; resveratrol; HPLC