

辐射白沙液新酒老熟试验的色谱分析法

符俊吾

白酒分析组

(湖南省原子能农业应用研究所) (轻工业部食品发酵工业研究所)

李翠仙

(长沙市酒厂)

关键词: 白沙液酒 辐照 色谱分析

我国70年代即开始辐射酒的研究,近年来四川省原子核技术应用研究所与金堂县机械化酒厂合作辐射白酒的试验获得成功;1982年,我所与长沙市酒厂合作这项试验,初步结论是辐照使酒质变好,味甜柔和,有回味。从理化分析数据来看,辐射能增加酒中香味成分——总酸、总酯含量,从而使影响酒质的杂醇油明显下降。因此,辐照能提高酒质,缩短使酒陈化的贮藏期。

人们很关心辐照能增加酒中总酯、总酸含量,但对白酒的组分有无不利变化?本文着重报导辐照湖南名酒白沙液的色谱分析的初步结果及其变化规律。

一、试验材料与方法

1. 材料

1) 试验酒样: 白沙液。2) 辐照容器: 一斤重的白酒瓶。3) 辐照温度: 常温。4) 辐射源: 湖南省原子能农业应用研究所的 ^{60}Co γ 射线源。

2. 辐照条件和方法

第一次辐照白沙液(1982年8月27日勾兑的老熟酒),剂量为10万R,剂量率为290R/min;分处理、对照二组,酒样每组10斤,辐照后及时进行品尝和理化分析。

第二次(1982年10月13日)辐照白沙液新酒(三轮酒),以剂量为5、6、7、8、9、10万R及对照分7个组,剂量率为292R/min,钴源转动照射。

第三次(1982年12月9日)辐照五轮白沙液,剂量为10万R,以剂量率为1040、485、292、188、140、103、80R/min及对照共分8组,每个组重复3次,钴源固定照射。

观察指标: 酒辐照后品尝和用气相色谱分析。

3. 白沙液的主要芳香组分的气相色谱测定

岛津Gc-5A型气相色谱仪,采用氢焰离子化鉴定器。色谱条件如下: 邻苯二甲酸二壬酯-吐温80混合固定液(DNP混合柱),不锈钢柱, $\phi 3\text{mm} \times 3\text{m}$ 。固定液: 邻苯二甲酸二壬酯20%与吐温80,7%混合后涂于担体Chomosorb W 80/100目上。柱温,使始65℃,进样4分钟后以5℃/min程序升温至100℃,继续恒温约20分钟。汽化室与鉴定器温度150℃;

载气: N_2 60ml/min; H_2 60ml/min; 空气100ml/min。

灵敏度: 10^3MQ , 衰减8; 纸速5mm/min。

4. 白沙液中有机酸的气相色谱测定

上海分析仪器厂102G型气相色谱仪,采用氢焰离子化鉴定器。固定液: 己二酸二乙二醇酯(DEGA)5%。担体Chomosorb W (AW-DMCS) 80/100目,不锈钢柱 $\phi 5\text{mm} \times 2\text{m}$ 。柱温: 150℃。汽化室温度: 200℃。鉴定器温度: 180℃

载气: N_2 20ml/min; H_2 30ml/min; 空气400ml/min。

灵敏度: 10^3MQ ; 衰减: 1/2; 纸速: 10mm/min。

二、试验结果

分析结果已定量者计有醇类、酯类、醛类和酸类组成,成分共27种。

1. 感官指标结论

色、香、味的品尝与轻工业部食品发酵工业研究所对辐射处理的白沙液组成成分的分析指标的结果是吻合的。感官品尝指标表明，第一次品尝以 5 万R 以上为好，其中以 9 万R、10 万 R 为最好；而经过 111 天的保存后，10 万R 辐射处理差于 5 万R 处理。当时品尝的 5 万R 处理的白沙液酒，生粮气和苦味消失，淡浓香，进口甜、柔和，而第一次品尝为最佳剂量的10 万R，反而由无杂粮气，进口柔和有回味转为淡浓香，稍苦辣有辐射味。由此可知辐射高档酒不需要存放时，处理时剂量要偏高一些；而需要存放时，处理时剂量要稍微偏低一些。

2. 色谱分析结果

1) 经化验的辐射老熟白沙液的27个指标中仅乙醛、甲酸、乙酸、丁酸、乳酸等五项指标偏高于对照(详见表1)。

表 1 辐射老熟白沙液色谱分析结果表

处理方法	酯					醇						
	己酸乙酯	乳酸乙酯	丁酸乙酯	醋酸乙酯	总酯	甲醇	正丙醇	仲丁醇	异丁醇	正丁醇	异戊醇	合计
处理老熟酒 10 万R 290R/min	-6.2%	-2.7%	-6.81%	-7.4%	-4.7%	-4.8%	-3%	-4.6%	-7.4%	-4.8%	-3.4%	-4%
老熟酒CK (g/100ml)	44.5	193.5	13.2	108	359.4	22.6	52.3	8.6	20.1	37.2	35.0	175.8

处理方法	醛				酸							
	乙醛	乙缩醛	丙二酮	总醛	甲酸	乙酸	丙酸	丁酸	戊酸	己酸	乳酸	总酸
处理老熟酒 10 万R 290R/min	2.8%	1%	—	-1.7%	12.5%	1.1%	-18.1%	1.8%	-11.7%	-1.47%	0.1%	0.3%
老熟酒CK (g/100ml)	31.0	46.7	—	-77.7	2.1	75.1	1.1	26.2	1.7	40.7	75.2	222.1

2) 以不同剂量和剂量率辐照处理的白沙液色谱分析及新、老酒对比见表2(下页)。从表 2 可见，27 个指标中 5 万R 处理的有11 个高于对照，8 万 R 处理的有 9 个高于对照，9 万 R 处理的有 6 个略高于对照，10 万R 处理的有 9 个高于对照。由此可见，四种处理中以 5 万R 处理为好。

由表 2 可见：同一剂量(如10 万 R)不同剂量率(292R/min、80R/min)的实验结果不同。

从表 2 还可见：辐照酒与对照新酒相比，总酯、醇类、总醛、总酸均有增加的趋势。辐射酒与老熟酒相比时，以酯类为例，己酸乙酯、乳酸乙酯、醋酸乙酯、甲酸乙酯、丁酸乙酯、戊酸乙酯均有明显的增加，而以甲酸乙酯较为突出；醛类中乙缩醛、乙醛下降，而异戊醛增加较为突出；醇类除仲丁醇、异丁醇略有增加外，其他醇类都有下降的趋势；酸类除甲酸、乙酸显著的增加外，其他酸类指标辐射酒比老熟对照酒低。

四、结 论

1) 根据品尝结论与色谱分析结果可知，辐射白沙液以 5 万 R 为好，剂量率以80R/min 为好。

2) 辐射白沙液与对照相比，辐射处理的醇类、酯类和酸类各指标均有上升的趋势；辐射白沙液新酒所分析的27个组成成分中有22个指标高于对照(其中有己酸乙酯、乳酸乙酯、醋酸乙酯、甲酸乙酯、丁酸乙酯、总酯、正丙醇、仲丁醇、异丁醇、正丁醇、醇类、乙醛、乙缩醛、异戊醛、丁二酮、总醛、甲酸、乙酸、乳酸、总酸；卫生指标甲醇、异戊醛偏高)，与储存一年以上老熟白沙液比有14个指标高于对照(有己酸乙酯、乳酸乙酯、醋酸乙酯、甲酸乙酯、丁酸乙酯、戊酸乙酯、总酯、仲丁醇、异戊醇、异丁醇、异戊醛、甲酸、乙酸；卫生指标异戊醇上升，而甲醇下降)，由此说明，辐照使白沙液酒质改进，并促进酒的老熟。

本试验在张乙垣所长领导下进行；长沙市酒厂肖继岳厂长积极组织品尝；轻工业部食品发酵工业研究所进行色谱分析，陆文瑞同志修改本文；贵州大学马安仁教授审阅了本文，在此一并致谢。

参 考 文 献

[1] 杨麒麟译，杨人立校，原子能农业译丛，1，62(1983)。

[2] 无锡轻工学院化学系发酵组气象色谱组，食品与发酵工业，5，4(1976) (1983年 6 月27日收到)

表 2 辐射白沙液剂量试验色谱分析效果比较表

处 理 方 法	色 谱 分 析 指 标														
	酯										醇				
	己酸乙酯	乳酸乙酯	醋酸乙酯	甲酸乙酯	丁酸乙酯	戊酸乙酯	总酯	甲 醇	正丙醇	仲丁醇	异丁醇	正丁醇	异戊醇	合 计	
5 万 R	292R/min	-3.4%	-1.7%	-2.1%	11.1%	-1.9%	-23%	60.1%	-2.3%	-11.4%	-7%	无变化	-3.2%	-0.2%	
8 万 R	292R/min	-1.5%	-0.5%	-3.3%	14.8%	-1.9%	-26.9%	15%	-2%	-9.2%	-3.9%	无变化	-2.4%	-2.2%	
9 万 R	292R/min	-2%	-2%	-2.5%	-5%	-1.3%	-28.2%	-11.1%	-1%	-9.2%	-4.7%	-4.5%	-1.4%	-2.3%	
10 万 R	292R/min	-15.1%	-2.5%	-6%	6.9%	-1.9%	27.7%	-11.1%	-3.8%	-10.7%	2.3%	-0.5%	-3.7%	-3.9%	
	CK	57.4	150.8	200.8	8.0	15.2	7.8	440.2	4.5	146.1	14	12.7	40.3	235.3	
	80R/min	+7.6%	+13.9%	+0.8%	+2.1%	+0.6%	-46.5%	+18.6%	+21%	+2.3%	-0.5%	+0.9%	+0.3%	+0.9%	
	新酒 CK	41.6	192.1	158.4	13.5	14.4	5.8	425.8	1.5	42.5	8.3	17	10.1	51.7	130.5
	80R/min	+13.9%	+37.8%	+31.7%	+73.9%	+0.6%	+12.9%	+32.7%	-46.6%	+15.2%	+8.2%	-56%	+28%	-8.8%	
	老熟酒 CK	33.8	122.8	109.6	3.6	14.4	2.7	291	3.7	58	7.2	15.5	36.9	144.5	

处 理 方 法	色 谱 分 析 指 标														
	醛										酸				
	乙 醛	乙缩醛	异戊醛	丁二酮	总醛	甲 酸	乙 酸	丙 酸	丁 酸	戊 酸	己 酸	乳 酸	总 酸		
5 万 R	292R/min	-2.7%	-7.9%	12.9%	13.2%	-2.6%	15%	3.5%	痕	2.5%	11.7%	-4.6%	9.5%	3.8%	
8 万 R	292R/min	-8.9%	-12.4%	12.9%	21.2%	-6%	-11.7%	-0.3%	痕	-2.6%	11.7%	3.5%	8.5%	1.5%	
9 万 R	292R/min	6.1%	-6.8%	16%	15%	-2.5%	19%	-5.2%	痕	0.3%	6.2%	3.2%	8.1%	-0.3%	
10 万 R	292R/min	23.7%	15.5%	-28.7%	-45.8%	12%	无变化	6.5%	痕	-1.8%	3.2%	6.0%	-29.6%	-1.5%	
	CK	35.9	58.8	9.4	8.5	112.6	1.7	114.5	痕	26.9	3.0	27.8	42.6	216.7	
	80R/min	+10.8%	+4.2%	+39.6%	+24.2%	+13%	+29.1%	+29.1%	痕	无变化	微	-1.9%	+62.9%	+20.9%	
	新酒 CK	26.2	42.2	9.3	2.5	80.2	1.7	109.2	痕	20.8	微	10.2	11.0	152.9	
	80R/min	-17.1%	-4.5%	+73.3%	多	+7.6%	+41.6%	+31.9%	痕	-33.3%	微	-74.9%	-62%	-20.5%	
	老熟酒 CK	35.5	46.2	4.1	痕	85.8	1.4	88.8	1.0	31.2	3.0	39.9	78.2	243.5	

The chromatography of aging Baishaye wine accelerated with radiation

Fu Junwu

(Hunan Institute for Application of Atomic Energy in Agriculture)

Wine Analysis Group

(Institute of Food Fermentation Industry, Light Industry Ministry)

Li Cuixian

(Changsha Wine Factory)

The preliminary results obtained have shown that radiation can make wine better in quality and taste sweet and mellow. Through chromatographic analysis it was shown that the irradiated Baishaye wine has higher contents of total ester, total alcohol, total aldehyde and total acid than the control. Except for iso-butanol, ethyl valerate and hexanoic acid, the ethyl caproate ethyl lactate, ethyl acetate, ethyl formate, ethyl butyrate, n-propyl alcohol, secondary butanol, n-butanol, isoamyl alcohol, acetaldehyde, acetal, biacetyl, formic acid, acetic acid and lactic acid in the irradiated wine are all higher than those of control.

Keywords: Baishaye wine irradiation chromatographic analysis

The preparation of (^{125}I) iodinated peptide tracers

Deng Shangping Zhou Wenbi Pang Jicai Xiong Zhongyun

(Sichuan Medical College)

Four (^{125}I) iodinated peptide tracers, (^{125}I) growth hormone, (^{125}I) alpha fetoprotein, (^{125}I) porcine proinsulin and A14- or A19-(^{125}I) moniodoinsulin labelled with domestic-made Na^{125}I by lactoperoxidase or chloramine T method were purified successfully by polyacrylamide gel electrophoresis. The tracers were characterized in radioimmunoassay systems in terms of their immunoreactivity, specific radioactivity and stability during storage.

The results show that both LPO and ChT could be used as oxidizing agent except LPO for alpha fetoprotein. There were no marked differences concerning the immunoreactivity of tracers labelled by LPO or ChT judging from dose-response curve. The specific radioactivity for (^{125}I)hGH, (^{125}I)AFP, (^{125}I) porcine proinsulin, A14- and A19-(^{125}I) moniodoinsulin were 110, 33, 145, 100—250 and 80—160 mCi/mg respectively determined by self-displacement method. The shelf-time of these four tracers were about 2—3, 1.5—2, 1.5 and 3—5 months respectively.

It is shown that polyacrylamide gel electrophoresis is an effective method for purification of (^{125}I)-iodinated peptide tracers.

Keywords: human growth hormone Porcine proinsulin alpha fetoprotein polyacrylamide gel electrophoresis immunoreactivity radioimmunoassay specific radioactivity peak radioactivity recovery excess antibody binding iodination yield