

大麻油的 3种除酚分析对比试验

李向阳

(陕西省榆林市疾病预防控制中心, 陕西榆林 719000)

[摘要] 目的:通过实验室对比试验建立大麻油中大麻酚含量的检测方法。方法:通过采集覆盖本地区生产、销售网点的大麻油,以 4-氨基安替比林比色法测定其含量。结果:通过对大麻油采用加酸处理、加碱处理和高温精炼处理 3种对比试验,结果表明有除酚作用,除酚率分别为 80.5%, 63.5%, 93.6%。查明本地区的本底平均值 10.6 mg/kg,最低值 0.6 mg/kg,最高值 51.1 mg/kg。结论:通过 3种除酚方法比较,高温精炼更为简单、有效、实用,精炼前后的指标符合 GB7102-2003 食用煎炸油卫生标准,值得应用推广。

[关键词] 大麻油; 除酚; 对比试验

[中图分类号] R115

[文献标识码] B

[文章编号] 1004-8685(2009)06-1387-02

Comparison of 3 methods for elimination of phenol in sesame oil

LIXiang-yang

(Yulin Center for Disease Control and Prevention, Yulin 719000, China)

[Abstract] **Objective:** Big Sesame oil because of raw materials and sophisticated process to extract containing THC different (in C_6H_5OH). In order to prevent and reduce the incidence of food poisoning, by comparing the test to reduce the large Sesame oil phenol content. **Methods:** Through gathering covered this local production, and sales network hemp oil. The use of 4- amino ammonia dianthryl colorimetric determination of sesame oil in THC content. **Results:** Sesame oil through the use of acid treatment, alkali treatment and High-temperature refining of three tests. The results show that the role has to remove phenol. In addition to phenol rates were 80.5%, 63.5%, 93.6%. Basic identification of the region, the background value and average value (10.6 mg/kg). The lowest value of 0.6 mg/kg, the highest value of 51.1 mg/kg. **Conclusion:** Cannabis (Shaanxi area popular name small hemp) is the hemp branch plant, squeezes out the hemp oil raw material, main planter in our country northern area. Some areas city and countryside resident likes the edible one kind of vegetable oil, but the hemp food poisoning occurs sometimes. Three methods of excepted of phenol in hemp oil were compared, High-temperature refining is more effective, simply, practical and convenient. The hygienic targets is in accordance with the Edible Frying Oil health indicators GB7102-2003 before and after the High-temperature refining.

[Key words] Hemp oil; Eliminate the phenol; Comparative tests

大麻系大麻科植物,是榨取大麻油的原料,主要种植在我国北方地区。大麻油呈棕黄色,滋味清香可口,是部分地区城乡居民喜欢食用的一种植物油。大麻油因原料成熟程度和榨取工艺不同而含有大麻酚(以 C_6H_5OH 计)、四氢大麻酚、大麻二酚等有害物质的量不同。为预防食物中毒的发生,通过对比试验来降低大麻酚的含量。依据酚类加热易挥发的特点,通过对大麻油采用加酸、加碱、高温精炼对比试验,结果表明有除酚作用,除酚率分别为 80.5%, 63.5%, 93.6%。3种方法比较高温精炼更为有效、简单、实用,精炼前后的指标符合 GB7102-2003 食用煎炸油卫生标准,应提倡推广。同时查明本地区的本底平均值 10.6 mg/kg,最低值 0.6 mg/kg,最高值 51.1 mg/kg,相对安全量 <1.0 mg/kg,临界值 1.0 ~ 3.0 mg/kg,中毒量 >3.0 mg/kg。

1 材料与方法

1.1 材料

通过采集全市各生产、销售网点的大麻油共 124 份,每份

采集 2.5 ~ 5.0 kg 于干净容器内,采用 4-氨基安替比林比色分析法测定大麻酚的含量。根据酚与 4-氨基安替比林在碱性溶液中 (pH9-10.5 时)用铁氰化钾作氧化剂,能产生一种红色的安替比林染料,再用有机溶剂萃取,即可比色定量。

1.2 实验分析

1.2.1 仪器与试剂 全玻璃蒸馏器 (500 ml);具塞比色管 (10, 25 ml);分液漏斗 (250 ml);721 分光光度计;可调式电炉;3% 4-氨基安替比林溶液;5% 铁氰化钾溶液;氨性氯化铵缓冲液 (pH9.8);氯仿;20% 酒石酸溶液;0.05% 和 1.5% 碳酸钠溶液;0.1% 甲基橙指示剂;酚标准贮备液 (需标定);配制以上试剂和实验中均须用无酚蒸馏水。

1.2.2 样品蒸馏 吸取油样 10.8 ml (相当于 10.0 g) 于 500 ml 全玻璃蒸馏器中,加水 300 ml,0.1% 甲基橙指示剂 5 滴、20% 酒石酸溶液 10 ml 使呈明显酸性 (pH < 4),加入数颗玻璃珠进行蒸馏。冷凝管下口附一毛细管直接插入盛有 10 ml 0.05% 碳酸钠溶液的三角瓶内,收集蒸馏液约 250 ml 备用。

1.2.3 比色分析 取样品蒸馏液 150 ml 于 250 ml 分液漏斗中,另以同体积蒸馏水作试剂空白,再分别精确吸取酚标准应用液 (10.00 $\mu\text{g/ml}$) 0, 0.5, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 ml,于先加入 100 ml 水的 250 ml 分液漏斗中,各补水

[作者简介] 李向阳 (1960-),男,本科,副主任技师,主要从事卫生理化检验研究。

至 150 ml,于样品和标准系列中分别加入 1 ml 氨性氯化铵缓冲液,摇匀,加入 1 ml 3% 4-氨基安替比林溶液,摇匀,加入 1.5 ml 5% 铁氰化钾溶液,充分摇匀,放置 15 min,再准确加入 20 ml 氯仿,振摇 2 min (约 200 次),静置分层,15 min 后,将氯仿层于分液漏斗下端过滤到塞有脱脂棉的 20 ml 具塞比色管中,于 721 分光光度计,波长 460 nm,1 cm 比色杯,以试剂空白调零测定其吸光度值,代入公式进行计算。

大麻酚 (以 C_6H_5OH 计) 的含量 (mg/kg) = $AV/WV_1 \times 1000/1000$

A: 相当标准的 μg 数; W: 样品重 (g, 体积 \times 比重); V: 蒸馏液总体积 (ml); V_1 : 比色用蒸馏液体积 (ml)。

2 结果

2.1 加酸法

依据测定原理,在酸性 (pH < 4) 条件下加热,能使油样中酚挥发,取 1.0 kg 油样于铁锅中,加入食醋 25 ml (乙酸 3.5%, v/v) 后加热精炼。

2.2 加碱法

依据碳酸钠能与大麻油中酚生成酚钠,取 1.0 kg 油样,加入 50 ml 1.5% 碳酸钠溶液于铁锅中加热精炼。通过加酸加碱两种精炼方法比较 (结果见表 1),加碱法能使酚降低 63.3%,加酸法能使酚降低 80.5%,显然加酸法除酚率高效果好,检测数据经统计学处理有显著性差异 ($P < 0.1$)。但因油中混入水分使油脂氧化速度加快而缩短保存期。在 24 份检测样品中,经处理室温保存 3mo 后再分别测定酸价、过氧化值,其中 4 份酸价、3 份过氧化值略有超标,表明保存 3mo 后油质开始改变 (结果见表 5),加之油水相混加热精炼,易出现飞溅造成灼伤,使方法推广受限。

表 1 加酸加碱精炼后测定结果 (mg/kg)

本底值	油温 (°C)	维持时间 (min)	加酸法测定值	加碱法测定值
10.51	130	10	2.75	4.10
9.05	130	10	1.48	4.59
16.69	130	10	3.28	5.27
7.67	130	10	1.08	2.24

2.3 直接加热法

取油样 1.0 kg 于铁锅中直接加热精炼,根据油温与加热时间不同其测定值也不同 (见表 2、表 3)。当油温升至 130 时酚含量开始下降,在 150 时可降到临界值范围内,随着油温升高,除酚作用愈明显。当油温升至 180 维持 15 min 后酚可降至 < 1.0 mg/kg 的相对安全范围内,当油温升在 200 时,能将酚降至 < 0.5 mg/kg。

2.4 高温精炼及油炸食物试验

对本底值基本相同的油样在精炼时,放入少量食物来增加与油液的接触面积,有助沸并促进酚挥发的作用,与不加食物相比能缩短 3 min 精炼时间,炸马铃薯条与油炸饼中含少量的酚是因来自表面吸附的大麻油 (见表 4)。

2.5 大麻油除酚前后卫生指标检测

抽检 12 份油炸样品做对照试验,控制油温 180 维持 10 min,结果表明精炼后除感官检查中色泽、气味和滋味略有变化外,酸价、过氧化值无明显改变,室温存放 3mo 后数值有上升趋势,砷处理前后无变化能符合 GB 7102 - 2003 食用煎炸油卫生标准,结果见表 5。

表 2 高温精炼 10 min 大麻酚测定结果 (mg/kg)

油温 (°C)	1 批	2 批	3 批	4 批	平均值
25	10.51	9.05	16.96	7.67	11.05
130	3.20	2.95	5.00	1.48	3.15
150	2.58	2.40	3.50	1.17	2.41
180	1.88	2.14	2.09	0.81	1.73
200	0.23	0.23	0.49	0.23	0.30

表 3 180 高温精炼后大麻酚测定结果 (mg/kg)

维持时间 (min)	1 批	2 批	3 批	4 批	平均值
本底	10.51	9.05	19.96	7.67	11.05
5	2.38	2.38	3.00	1.06	2.20
10	1.88	2.14	2.09	0.81	1.73
15	0.75	0.80	0.88	0.55	0.74
20	0.39	0.59	0.81	0.32	0.53

表 4 180 大麻油及油炸食物酚含量测定结果 (mg/kg)

样品	维持时间 (min)	本底 19.96	本底 10.51
大麻油	7	1.18	1.02
大麻油	12	0.83	0.44
炸马铃薯条	7	0.35	0.34
油炸饼	7	0.26	0.25

表 5 12 份大麻油卫生指标测定结果 (均值)

项目	食用煎炸油卫生标准 GB 7102 - 2003	精炼前	精炼后	精炼存入 3mo 后
感官检查	具有正常色泽气味和滋味、无异味	棕黄色、透亮无异味	褐黄色、有精炼后特有气味	褐黄色无异味
酸价	4	2.6	0.8	3.1
过氧化值 mg/kg	12	3.8	2.5	8.2
砷 (以 As 计) mg/kg	0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1

3 讨论

上述 3 种除酚对比试验结果表明,大麻油采用直接高温精炼是行之有效的除酚方法,关键要控制好时间与温度。高温过程营养成分虽受破坏,但精炼后食用相对安全。对于营养成分的损失程度如何,是否产生另外的有毒有害物质,有待进一步探讨。根据食用大麻油的经验,新鲜大麻油煎炸的食物若摄入量较多者易发生中毒,改用爆炒方式食用或精炼时放入适量马铃薯条、葱段等预炸 2~3 次后再食用中毒机会将很小。

[参考文献]

- [1] GB/T5750.4-2006. 生活饮用水标准检验方法 [S].
- [2] 卫生部卫生监督中心卫生标准处编. 食品卫生国家标准汇编 (6) [M]. 北京:中国标准出版社, 2004: 161 - 163.
- [3] 杨惠芬,等. 食品卫生理化检验标准手册 [M]. 第 1 版. 北京:中国标准出版社, 2003.
- [4] 杨树勤. 卫生统计学 [M]. 第 3 版. 北京:人民卫生出版社, 1992: 98 - 107.
- [5] 倪京平. 卫生检测工作中校准曲线有关问题的探讨 [J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(4): 715 - 717.

(收稿日期: 2009 - 04 - 08)