

食品添加物規格檢驗方法－皂樹皮萃取物修正草案總說明

為加強食品添加物規格之管理，依據食品安全衛生管理法第三十八條規定：「各級主管機關執行食品、食品添加物、食品器具、食品容器或包裝及食品用洗潔劑之檢驗，其檢驗方法，經食品檢驗方法諮議會諮議，由中央主管機關定之」，並配合衛生福利部一百零九年九月二十九日衛授食字第一〇九一三〇二〇〇六號令修正「食品添加物使用範圍及限量暨規格標準」第四條及第二條附表一、第三條附表二中皂樹皮萃取物之規格標準，爰擬具「食品添加物規格檢驗方法－皂樹皮萃取物」修正草案，其修正要點如下：

- 一、修正「鑑別」、「水分含量」、「乾燥減重」、「pH 值」、「灰分」、「單寧」及「鉛」。
- 二、增列「分子量」、「定義」、「含量」、「外觀」、「含量測定」、「參考層析圖譜」及「參考文獻」。
- 三、刪除「化學式量」及「外觀及性狀」。
- 四、增修訂部分文字。

食品添加物規格檢驗方法－皂樹皮萃取物修正草案對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>§17015 <u>分子量：皂素單體約1800至2300，與具有8～10個單醣單元之三萜類一致</u></p> <p>1. 定義：本品係由 <i>Quillaja saponaria</i> Molina (<i>Rosaceae</i>屬) 磨碎內層樹皮或木材(包括莖與枝)之水抽出物而製得(Type 1)或以色層分離或水相超過濾萃取(Type 2)。本品含有由 quillaic acid 的配醣體所組成之數種類三萜烯皂素 (triterpenoid saponins, QS)。其他成分以多酚類及單寧為主，與少量糖類與草酸鈣。商業化產品有液態或噴霧乾燥粉末型態；噴霧乾燥粉末者可能使用乳糖、麥芽糖醇或麥芽糖糊精作為載體；液態產品可能使用苯甲酸鈉或乙醇保藏。</p> <p>2. 含量：本品所含皂素(saponin)以乾基計，Type 1應為20～26%；Type 2應為65～90%。</p> <p>3. 外觀：Type 1為紅褐色液體或淺棕色粉末，帶有粉紅色調；Type 2為淺紅棕色液體或粉末。</p> <p>4. 鑑別： (1)溶解度：本品極易溶於水，不溶於乙醇、丙酮、甲醇及丁醇。 (2)起泡性：取本品粉末型態0.5 g 溶於水9.5 g或本品液體型態1 mL 溶於水9 mL。取此溶液1 mL，加入裝有水350 mL之1000 mL量筒中，覆蓋量筒，劇烈搖晃30次，靜置30分鐘後，記錄泡沫體積(mL)。Type 1為150 mL；Type 2為260 mL。 (3)色層分析：本品依11.含量測定，其主要波峰之滯留時間應與標準品中主要皂素(QS-18)波峰滯留時間相同。</p>	<p>§17015 <u>化學式量：單體皂素約1800-2000</u></p> <p>1. 外觀及性狀：本品係由 <i>Quillaja saponaria</i> Molina (<i>Rosaceae</i>屬) 磨碎內層數皮或木材(包括莖與枝)之水抽出物而製得。皂樹皮萃取物(<i>Quillaja</i> extracts, QE)中含有由 quillaic acid 的配醣體所組成之數種類三萜烯皂素 (triterpenoid saponins, QS)、伴隨多酚類(含單寧)之少數糖類(含葡萄糖、半乳糖、阿拉伯糖、木糖、鼠李糖)、草酸鈣及其他少量的成分。前述 QS 所包含之糖類係接於三萜烯之第三個碳(葡萄糖醛酸及以下三種糖類之兩種：半乳糖、鼠李糖或木糖)及第二十八個碳上(鼠李糖、海藻糖、木糖、葡萄糖及阿拉伯糖)。QE商品之主要皂素成分係標明為 QS-18。 商業上所供應之皂樹皮萃取物有未精製(non-refined)及半精製(semi-refined)兩種，每一種均可以水溶液或乾燥粉末型態販售。該等萃取物一般係添加苯甲酸鈉或乙醇以為保存。新鮮的non-refined QE平均含有190 g的QS/kg。[高精製度(highly refined)之皂樹皮萃取物一般使用於人及動物疫苗，因此不受限於本標準]。未精製液態萃取物為紅褐色；粉末型態者為淡褐色帶有粉紅色澤。液態或粉末之半精製萃取物具淡色。</p> <p>2. 鑑別： (1)溶解度：本品極易溶於水，不溶於乙醇、丙酮、甲醇及丁醇。 (2)泡沫試驗：本品0.5 g溶於水9.5 g，取該混合物1 mL置入加有水350 mL之1000 mL量筒中，量筒加蓋劇烈搖動30次後靜置，30分鐘</p>	<p>一、修正「鑑別」、「水分含量」、「乾燥減重」、「pH值」、「灰分」、「單寧」及「鉛」。</p> <p>二、增列「分子量」、「定義」、「含量」、「外觀」、「含量測定」、「參考層析圖譜」及「參考文獻」。</p> <p>三、刪除「化學式量」及「外觀及性狀」。</p> <p>四、增修訂部分文字。</p>

(4)顏色及濁度：僅就粉末型態檢品檢測：取本品0.5 g，溶於水9.5 g中，此溶液不應混濁。另以水為對照，於波長520 nm測定吸光度，其吸光度Type 1應在1.2以下；Type 2應在0.7以下。

5.水分：僅就粉末型態檢品檢測：本品按照費氏水分測定直接滴定法(附錄A-14)測定之，其所含水分應在6%以下。

6.乾燥減重：僅就液體型態檢品檢測：本品按照乾燥減重檢查法(附錄A-3)，於105°C乾燥5小時，其減失重量Type 1應為50~80%；Type 2應為50~90%。

7.pH：本品4%水溶液之pH值應為3.7~5.5。

8.灰分：取粉末型態檢品1.0 g，或取液體型態檢品經乾燥減重之殘渣，於550°C熾灼至完全灰化，其所含灰分以乾基計，Type 1應在14%以下；Type 2應在5%以下。

9.單寧：取粉末型態檢品約3.0 g，或取經乾燥減重之相等重量殘渣所需之液體型態檢品，精確稱定，溶於水250 mL，以醋酸調整pH值至3.5，供作檢品溶液。取檢品溶液25 mL，於105°C乾燥5小時並稱重(W_i)；另取檢品溶液50 mL及聚乙烯聚吡咯烷酮 (polyvinyl polypyrrolidone, PVPP) 360 mg，混合後，於室溫攪拌30分鐘，以800×g離心，收集上清液，於105°C乾燥5小時並稱重(W_f)。依下列計算式求得檢品中單寧之含量，應在8%以下(以乾基計)。

檢品中單寧之含量(%)

$$= \frac{W_i - W_f / 2}{W_i} \times 100$$

10.鉛：取本品0.5 g，按照衛生福利部公告「重金屬檢驗方法總則」進行分析，其所含鉛(Pb)應在2 mg/kg以下。

11.含量測定：以高效液相層析法測定檢品中皂素QS-7、QS-17、QS-

後記錄泡沫量，泡沫體積應有150 mL。

(3)QS-18皂素：以高效液相層析方法進行含量分析試驗，檢品之主要波峰應與標準品之QS-18波峰一致。

(4)顏色與混濁度：僅就粉末型態者：本品0.5 g溶於水9.5 g，該溶液目視不得有任何結團物。測量該溶液於520 nm之吸光度(以水為空白組)，最高不得超過1.2吸收單位。

3.水分含量：取本品約1.0 g，精確稱定，按照費氏水分測定直接滴定法(附錄A-14)測定之，其所含水分粉末型態者應在6%以下。

4.乾燥減重：取本品2.0 g，按照乾燥減重檢查法(附錄A-3)，於105°C乾燥5小時，其減失重量液體型態者為50~70%。

5.pH值：本品水溶液(4%)之pH值應為4.2~5.5。

6.灰分：本品粉末型態者取1.0 g，液態者取乾燥減重所得固體含量估算，稱取等量檢品，於550°C熾灼至完全灰化，其灰分含量以乾重計應在12%以下。

7.單寧：本品粉末型態者取3 g(液態者則以乾燥減重所得固體含量估算，稱取等量檢品)，溶於水250 mL，以醋酸調整pH值至3.5，取該溶液25 mL，於105°C乾燥5小時以決定其乾重(g固體/L)($S_{initial}$)。另取該溶液50 mL與聚乙烯聚吡咯烷酮 (polyvinyl polypyrrolidone, PVPP) 360 mg混合，於室溫下攪拌30分鐘，以3000 rpm離心，收集上層物，於105°C乾燥5小時以決定乾重(g固體/L)(S_{final})。以下列計算式求得檢品中單寧之含量，其量以乾重計應在7%以下。

單寧之含量(%)，以乾重計

$$= 100 \times (S_{initial} - S_{final}) / S_{initial}。$$

$S_{initial}$ = g固體/L以PVPP處理前

18及QS-21之總含量。

(1)檢品溶液之調製：

取粉末型態檢品約0.5 g，或取液體型態檢品約1 g，精確稱定，以去離子水溶解並定容至10 mL，以0.2 μm濾膜過濾，供作檢品溶液。

(2)標準溶液之製備：

取已純化之皂素標準品(SuperSap, Natural Response, Chile; Quil-A, Superfos, Denmark; 或其他已知皂素含量之同級品)約1.5 g，精確稱定，以去離子水溶解並定容至100 mL，以0.2 μm濾膜過濾，供作標準溶液。

(3)移動相溶液之調製：

a. 移動相溶液A：0.15%三氟乙酸(trifluoroacetic acid)水溶液。

b. 移動相溶液B：含0.15%三氟乙酸之乙腈溶液。

(4)測定法：

精確量取檢品溶液與標準溶液各20 μL，分別注入高效液相層析儀中，依下列條件進行分析，就檢品溶液所得波峰之滯留時間及吸收圖譜與標準溶液比較鑑別之，並依下列計算式求出檢品中總皂素之含量(以乾基計)。

檢品中總皂素之含量(%)

$$= \frac{A_S \times W_{St} \times P_{St}}{A_{St} \times W_S} \times 100$$

A_S ：檢品溶液中QS-7、QS-17、QS-18及QS-21之波峰面積總和

A_{St} ：標準溶液中QS-7、QS-17、QS-18及QS-21之波峰面積總和

W_{St} ：標準品之稱取量(g)

W_S ：檢品之稱取量(g)

P_{St} ：標準品所含皂素純度(%)

高效液相層析條件^(註)：

光二極體陣列檢出器：定量波長220 nm。

層析管：Vydac 214TP54，5 μm，內徑4.6 × 250 mm，或同級品。

移動相溶液：A液與B液以下列條件進行梯度分析

時間(min)	A(%)	B(%)
---------	------	------

$S_{final} = g$ 固體/L 以PVPP處理後

8.鉛：取本品1.0 g，按照鉛試驗法(附錄A-24)試驗之，其所含鉛(Pb)應在2 ppm以下。

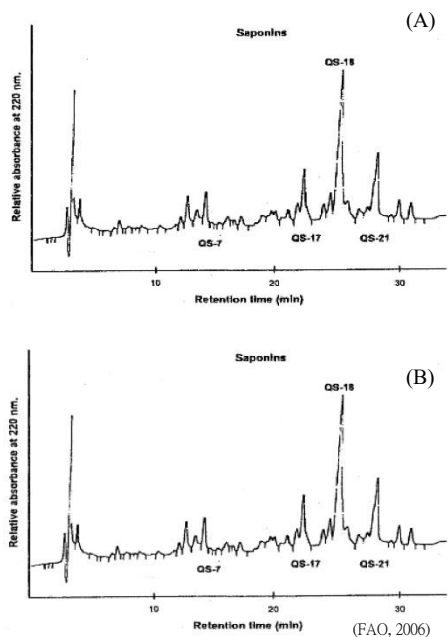
0 → 40	70 → 55	30 → 45
40 → 45	55 → 70	45 → 30

移動相流速：1 mL/min。

注入量：20 μL。

註：上述測定條件分析不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

參考層析圖譜



圖、已純化之皂素標準品(A)及 Type 1 檢品(B)之 HPLC 圖譜

參考文獻：

1. FAO. 2006. Quillaia Extract (Type 1) monograph 3. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.

[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/monograph3/additive-367.pdf]

2. FAO. 2014. Quillaia Extract (Type 2) monograph 16. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.

[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/monograph16/additive-368-m16.pdf]