

1. Tên khác, chỉ số

Quillaja extract, Soapbark extract, Quillay bark extract, Bois de Panama, Panama bark extract, Quillai extract.

ADI : 0 - 1mg/kg thể trọng (tính cho cả dạng 1 và 2)

INS 999i

2. Định nghĩa

Chất chiết xuất từ quillaia (dạng 1) thu được từ quá trình chiết với nước vỏ hoặc gỗ của thân và cành *Quillaja saponaria* Molina (họ *Rosaceae*). Chế phẩm chứa saponin triterpenoid trong đó chủ yếu là glycosid của acid quillaic. Polyphenol và tanin là những thành phần chính, ngoài ra còn có một vài loại đường và calci oxalat.

Chế phẩm chiết xuất từ quillaia (dạng 1) thương mại ở dạng lỏng hoặc bột sấy phun có chất mang như lactose, maltitol hoặc maltodextrin. Sản phẩm dạng lỏng thường được bảo quản bằng natri benzoat hoặc ethanol.

Tên hóa học

Saponin triterpenoid (quillaia saponin), glycosid của acid quillaic

Mã số C.A.S.

68990-67-0

Khối lượng phân tử

Các saponin dạng monomer có khối lượng phân tử khoảng 1.800 – 2.300, phù hợp với một triterpen gồm 8 – 10 monosaccharid.

3. Cảm quan

Dạng lỏng màu nâu đỏ hoặc dạng bột màu nâu sáng có ánh hồng

4. Chức năng

Chất nhũ hoá, chất tạo bọt

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan

Tan tốt trong nước ; không tan trong ethanol, acetone, methanol và butanol.

Tạo bọt

Phải có phản ứng tạo bọt đặc trưng.

Sắc ký

Thời gian lưu của pic chính của mẫu tương ứng với pic saponin chính (QS-18) của chuẩn (mô tả trong phần Phương pháp thử)

Màu sắc và độ đục

Phải có màu sắc và độ đục đặc trưng.

5.2. Độ tinh khiết

Nước

Dạng bột : Không được quá 6% (theo phương pháp Karl Fischer)

Giảm khối lượng khi sấy khô

Dạng lỏng : 50 – 80% (sấy 2 g mẫu ở nhiệt độ 105°C trong 5 giờ)

pH

3,7 – 5,5 (đối với nồng độ dung dịch 4%)

Tro

Không được quá 14% theo chế phẩm khô (đùng 1 g mẫu đối với dạng bột; đối với mẫu dạng lỏng sử dụng phần còn lại sau khi sấy khô)

Tanin

Không được quá 8% theo chế phẩm khô (mô tả trong phần Phương pháp thử)

Chì

Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng

Hàm lượng saponin : không được thấp hơn 20% và không được quá 26% tính theo chế phẩm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Tạo bọt

Hoà tan 0,5 g mẫu dạng bột trong 9,5 g nước hoặc 1 ml mẫu dạng lỏng trong 9 ml nước. Cho 1 ml hỗn hợp vào 350 ml nước vào trong ống đong loại 1.000 ml. Bịt kín ống đong và lắc mạnh 30 lần, để yên. Ghi lại mức bọt (ml) sau 30 phút. Bình thường mức bọt đạt khoảng 150 ml bọt.

Màu sắc và độ đục

Đối với dạng bột : Hoà tan 0,5 g mẫu trong 9,5 g nước. Dung dịch không đục. Độ hấp thụ của dung dịch so với nước ở bước sóng 520 nm phải nhỏ hơn 1,2.

6.2. Độ tinh khiết

Tanin

Cân 3,0 g mẫu dạng bột hoặc lượng mẫu dạng lỏng tương đương tính theo lượng chế phẩm khô sau khi sấy. Hoà tan mẫu trong 250 ml nước. Điều chỉnh pH = 3,5 bằng acid acetic. Sấy 25 ml dung dịch thu được ở nhiệt độ 105°C trong thời gian 5 giờ và xác định khối lượng chất khô theo đơn vị g (W_1). Trộn 50 ml dung dịch trên với 360 mg polyvinyl polypyrrolidon, sau đó khuấy trong 30 phút ở nhiệt độ phòng; li tâm với tốc độ 8.000 vòng/phút. Lấy phần dung dịch trong ở phía trên, sấy ở nhiệt độ 105°C, thời gian 5 giờ. Cân phần chất khô thu được (W_2 , đơn vị tính g). Hàm lượng tanin (%) trong mẫu được tính như sau :

$$\% \text{ Tanin (theo chế phẩm khô)} = 100 \times (W_1 - W_2) / W_1$$

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Nguyên tắc:

Saponin QS-7, QS-17, QS-18 và QS-21 được tách bằng HPLC pha đảo, kết quả định lượng được xem là tổng hàm lượng saponin có trong chất chiết xuất từ *Quillaja* (dạng 1)

Chuẩn bị mẫu:

Đối với mẫu dạng bột: Cân 0,5 g mẫu và hoà tan trong 9,5 g nước. Lọc qua bộ lọc cỡ 0,2 µm.

Dịch chiết nước (khoảng 550 mg chất khô/ml): Cân 1 g mẫu và pha với 9 g nước. Lọc qua bộ lọc cỡ 0,2 µm.

Trong cả hai trường hợp trên, thể tích mẫu khoảng 10 ml.

Chuẩn bị mẫu chuẩn:

Cân 1,5 g saponin tinh sạch (của các hãng SuperSap, Natural Response, Chilê; Quil-A, Superfos, Đan Mạch hoặc tương đương, đã biết hàm lượng saponin), hoà tan trong 100 ml nước. Lọc qua bộ lọc cỡ 0,2 µm.

Điều kiện HPLC :

- Cột : Vydac 214TP54 (dài 4,6 x 250 mm, lỗ 5 µm) hoặc loại tương ứng

- Nhiệt độ cột : nhiệt độ phòng

- Bơm : đặt chế độ gradient

- Dung môi A : 0,15% TFA (acid trifloroacetic) trong nước dùng cho HPLC

- Dung môi B : 0,15% TFA (acid trifloroacetic) trong acetonitril dùng cho HPLC

- Gradient :

Thời gian (phút)	% Dung môi A	% Dung môi B
0	70	30
40	55	45
45	70	30

- Tốc độ dòng : 1 ml/phút

- Bước sóng phát hiện : 220 nm

- Thể tích bơm mẫu : 20 µl

Tính kết quả: Nồng độ saponin (mg/ml) trong dung dịch được chuẩn bị như trên là :

$$C_{\text{mẫu}} = (A_{\text{mẫu}}/A_{\text{chuẩn}})C_{\text{chuẩn}}$$

Trong đó:

- $C_{\text{mẫu}}$: Nồng độ saponin (mg/ml) trong mẫu thử

- $C_{\text{chuẩn}}$: Nồng độ saponin chuẩn (mg/ml) được bơm vào (ví dụ : $C_{\text{chuẩn}} = 13,5$ mg/ml nếu hàm lượng saponin của 1,5 g mẫu chuẩn là 90%)

- $A_{\text{mẫu}}$ và $A_{\text{chuẩn}}$: Tổng diện tích các pic tương ứng với 4 loại saponin chính (QS-7, QS-17, QS-18, QS-21) có trong mẫu cần phân tích và mẫu chuẩn. (Tanin và polyphenol được tách giải trước saponin. Các pic của saponin xuất hiện sau pic chính của polyphenol – xem hình ở phụ lục).

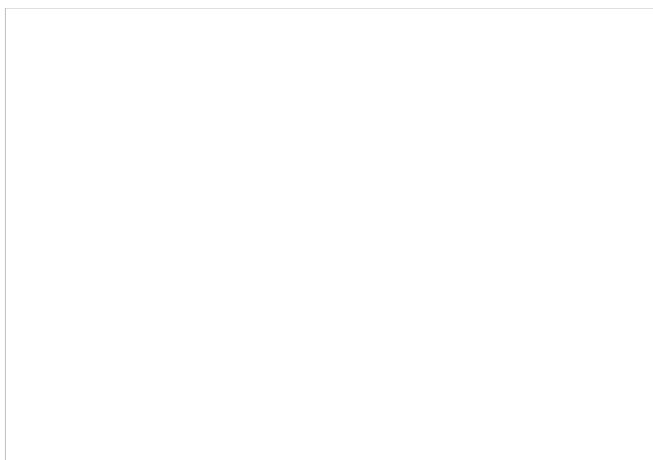
% Saponin có trong mẫu thử được tính như sau :

$$\% \text{ Saponin} = 100 \times C_{\text{mẫu}} / (0,1 W_{\text{mẫu}})$$

Trong đó:

- $W_{\text{mẫu}}$: Khối lượng mẫu (mg) được lấy để chuẩn bị mẫu và 0,1 là nghịch đảo của thể tích mẫu (10 ml).

Sắc ký đồ của chất chuẩn (15 mg chất khô/ml tương ứng với 13,5 mg saponin/ml)



Sắc ký đồ của chất chiết xuất từ Quillaia (dạng 1) (55 mg chất khô/ml)