

中华人民共和国国家标准

GB 1886.379—2024

食品安全国家标准 食品添加剂 皂树皮提取物

2024-02-08 发布

2024-08-08 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 皂树皮提取物

1 范围

本标准适用于以皂树(*Quillaja saponaria Molina*)的树皮、树干或枝条为原料,磨碎后使用水溶剂提取法提取出来经净化、精制等工艺生产的食品添加剂皂树皮提取物。

2 产品分类

皂树皮提取物按照不同皂素含量范围分为1型和2型两种产品类型。1型是以树皮、树干或枝条为原料,通过水溶剂提取等一般精制方法获得的。2型是以树皮、树干或枝条为原料,经水溶剂提取法提取出来后通过色谱分离或超滤方法获得的。

3 技术要求

3.1 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表1 感官要求

项目	要求		检验方法
	1型	2型	
色泽	浅棕色粉末或红棕色液体	浅红棕色粉末或液体	
状态	粉末状或液体		
气味	具有皂树皮提取物特有的气味		
杂质	无肉眼可见外来杂质		

3.2 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表 2 理化指标

项目	指标		检测方法	
	1型	2型		
皂素含量(以干基计), w/%	20~26	65~90	附录 A 中 A.3	
水分,w/% (限粉末形态产品)	≤	6.0	GB 5009.3 直接干燥法或卡尔·费休法	
干燥减量,w/% (限液体形态产品)	50~80	50~90	GB 5009.3 直接干燥法	
pH(4%水溶液)	3.7~5.5		附录 A 中 A.4	
灰分(以干基计),w/%	≤	14	5	GB 5009.4
丹宁酸(以干基计),w/%	≤	8	附录 A 中 A.5	
铅(Pb)/(mg/kg)	≤	2.0	GB 5009.12 或 GB 5009.75	
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤	2.0	GB 5009.11 或 GB 5009.76	

注: 液体产品可以适量添加苯甲酸钠或乙醇以便保存。

附录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯以上,所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品应按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。高效液相色谱试验用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 鉴别试验**A.2.1 可溶性试验**

试样应具有较强水溶性,但不溶于乙醇、丙酮、甲醇和丁醇。

A.2.2 泡沫试验

称取 0.5 g 粉末试样溶解在 9.5 g 水中或量取 1 mL 液体试样混合在 9 mL 水中,加入装有 350 mL 水的 1000 mL 量筒中,量筒加盖后用力振摇 30 次后静置,30 min 后记录泡沫体积,1 型泡沫体积应达到 150 mL 以上,2 型泡沫体积应达到 260 mL 以上。

A.2.3 高效液相色谱法

按照皂素含量高效液相色谱测定法(A.3),试样主峰的保留时间应与皂素标准品的皂素主要组分的主峰一致。

A.2.4 吸光度试验(仅限粉末试样)

观察 A.2.2 中粉末试样的溶液,溶液不应出现浑浊。将该溶液置于在 520 nm 波长下测定其吸光度,1 型吸光度应小于 1.2,2 型吸光度应小于 0.7。

A.3 皂素含量(以干基计)的测定**A.3.1 方法原理**

使用高效液相色谱将皂素的主要组分 QS-7、QS-17、QS-18 和 QS-21 分离,皂树皮提取物中皂素含量以 QS-7、QS-17、QS-18 和 QS-21 总量计算。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 皂树皮皂素标准品(或类似皂素含量已知的皂素标准品,CAS 号:68990-67-0)。

A.3.2.2 三氟乙酸。

A.3.2.3 乙腈(色谱级)。

A.3.2.4 0.22 μm 孔径的过滤膜,水相。

A.3.3 仪器和设备

高效液相色谱仪:配备紫外检测器。

A.3.4 参考色谱条件

- A.3.4.1 色谱柱:C₄ 色谱柱(长 4.6 mm×250 mm,孔径 300 Å,粒径 5 μm)或其他等效色谱柱。
 - A.3.4.2 柱温:室温(30 °C)。
 - A.3.4.3 流动相 A:0.15%三氟乙酸水溶液。
 - A.3.4.4 流动相 B:0.15%三氟乙酸乙腈溶液。
 - A.3.4.5 流速:1.0 mL/min。
 - A.3.4.6 检测波长:220 nm。
 - A.3.4.7 进样体积:20 μL。
 - A.3.4.8 流动相梯度洗脱程序见表 A.1(比例可根据实际情况调节)。

表 A.1 梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	70	30
40	55	45
50	70	30

A.3.5 分析步骤

A.3.5.1 试样溶液的制备

A.3.5.1.1 粉末试样

准确称取 0.5 g 试样, 精确至 0.001 g, 在 9.5 g 水中溶解, 定容至 10 mL 后过 0.22 μm 滤膜。

A.3.5.1.2 液体试样

准确称取 1.0 g 试样, 精确至 0.001 g, 用 9 mL 水稀释, 定容至 10 mL 后过 0.22 μm 滤膜。

A.3.5.2 标准溶液的制备

准确称取 1.5 g 皂素标准品, 精确至 0.001 g, 加水, 定容至 100 mL, 使用 0.22 μm 孔径的过滤膜进行过滤。

A.3.5.3 测定

在 A.3.4 参考色谱条件下, 分别对标准溶液和试样溶液进行色谱分析, 记录所得标准溶液中 4 个主要皂素 (QS-7、QS-17、QS-18 和 QS-21) 峰面积的总和 A_s 和试样溶液中 4 个主要皂素峰面积的总和 A_i 。

A.3.6 结果计算

A.3.6.1 试样溶液中的皂素浓度计算

根据上述样品制备方法制备的溶液中皂素的质量浓度 C_i , 单位为毫克每毫升(mg/mL), 按式(A.1)计算:

式中：

A_i ——试样中4个主要皂素组分QS-7、QS-17、QS-18和QS-21峰面积的总和,如附录B中示意图所示(皂素的主峰将在多酚主峰出现后出峰,见图B.2);

A_s ——标准品中 4 个主要杂质峰面积的总和;

C_s ——标准品的皂素质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL)。

A.3.6.2 试样中皂素(以干基计)的质量分数

试样中皂素(以干基计)的质量分数 w_1 , 按式(A.2)计算:

式中：

C_i ——试样溶液中的皂素质量浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_i ——制备的试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_i ——试样干燥减量后的质量,单位为毫克(mg)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 2.0 %。

A.4 pH 的测定

用水配制成 4% 质量分数的皂树皮提取物待测液, 按 GB/T 9724 规定的方法测定。

A.5 丹宁酸(以干基计)的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 乙酸。

A.5.1.2 聚乙烯聚吡咯烷酮。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 电热恒温干燥箱。

A.5.2.2 离心机。

A.5.3 分析步骤

称取 3.0 g 粉末试样,或含有 3.0 g 固形物(使用干燥减量数值换算)的液体试样,精确至 0.01 g,溶解在 250 mL 水中,用乙酸调整 pH 为 3.5,量取 25 mL 溶液,在 105 °C 的温度条件下,干燥 5 h,冷却,称重。量取 50 mL 溶液与 360 mg 聚乙烯聚吡咯烷酮混合,在室温下搅拌 30 min,然后以 3 000 r/min 离心 10 min。收集上层清液,并在 105 °C 的温度条件下干燥 5 h,冷却,称重。

A.5.4 结果计算

丹宁酸(以干基计)的质量分数 w , 按式(A.3)计算:

式中：

m_1 ——加入聚乙烯聚吡咯烷酮前的溶液干燥后的质量,单位为克(g);

m_2 ——加入聚乙烯聚吡咯烷酮后的溶液干燥后的质量,单位为克(g);

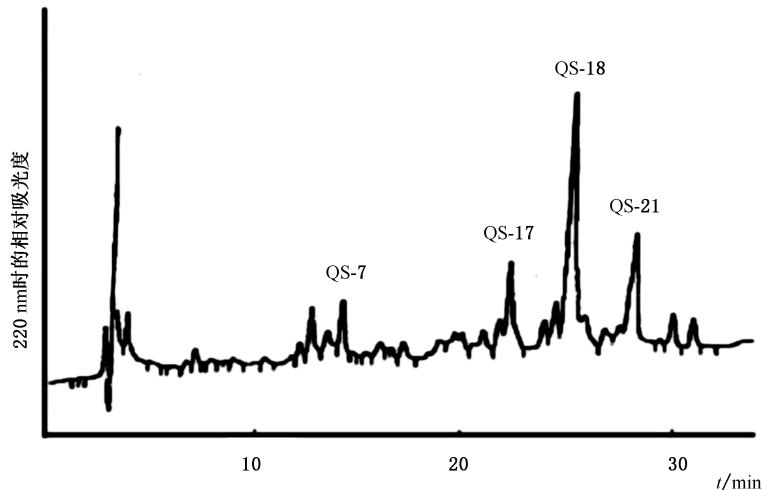
2——换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.5%。

附录 B
皂素标准品色谱图和皂树皮提取物样品色谱图

B.1 皂素标准品色谱图

皂素标准品色谱图见图 B.1。



注：QS 是 *Quillaia saponins* 的简写，指皂树皮皂苷。15 mg/mL 干物质含量，相当于 13.5 mg/mL 皂素含量。

图 B.1 皂素标准品色谱图

B.2 皂树皮提取物样品色谱图

皂树皮提取物样品色谱图见图 B.2。

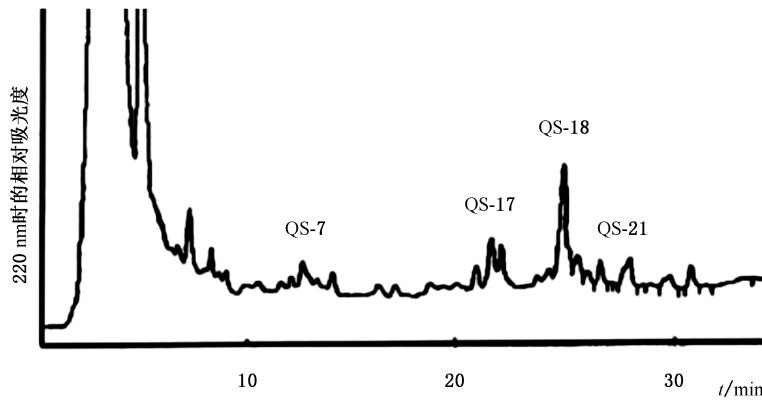


图 B.2 皂树皮提取物样品色谱图