

C O D E X A L I M E N T A R I U S

Международные стандарты на пищевые продукты



Продовольственная и
сельскохозяйственная
организация
Объединенных Наций



Всемирная
организация
здравоохранения

E-mail: codex@fao.org - www.codexalimentarius.org

СТАНДАРТ НА ПРОДУКТЫ ИЗ ЖЕНЬШЕНЯ CODEX STAN 321-2015

Принят в 2015 году

Настоящий стандарт заменяет региональный стандарт CODEX STAN 295R-2009.

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на продукты, соответствующие определениям раздела 2 и предназначенные для непосредственного потребления, в том числе для нужд общественного питания или для повторного упаковывания, если оно необходимо. Настоящий стандарт относится к продуктам из женьшеня, используемым как продукт питания или пищевой ингредиент, и не распространяется на продукты, применяемые в медицинских целях¹.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

2.1 Описание продукта

Продукт из женьшеня – это продукт:

- a) приготовленный из всех частей свежих и доброкачественных корней женьшеня, полученных от растений *Panax ginseng* C.A.Meyer или *P. quinquefolius* L., культивируемых в коммерческих целях, и используемый в качестве пищевого продукта;
- b) упакованный таким образом, чтобы обеспечивать безопасность и питательные и качественные характеристики продукта;
- c) прошедший надлежащую обработку, включающую такие операции, как сушка, обработка паром, резка, измельчение в порошок, экстрагирование и концентрирование, в соответствии с разделом 2.2.

2.2 Типы продуктов из женьшеня

Продукты из женьшеня, на которые распространяется настоящий стандарт:

2.2.1 Сухой женьшень

Сухой женьшень производится из корней женьшеня, соответствующих описанию в разделе 2.1 а), которые высушены надлежащим образом – сушкой на солнце, сушкой горячим воздухом либо другими признанными методами сушки. Продукт подразделяется на следующие категории – цельный главный корень и/или боковые корешки, главный корень и/или боковые корешки, измельченные в порошок или резаные.

2.2.2 Обработанный паром сухой женьшень

Обработанный паром сухой женьшень производится из корней женьшеня, соответствующих описанию в разделе 2.1 а), которые были обработаны паром перед сушкой одним из описанных в разделе 2.2.1 методов. Продукт подразделяется на следующие категории – цельный главный корень и/или боковые корешки, главный корень и/или боковые корешки, измельченные в порошок или резаные.

2.2.3 Экстракт женьшеня

Экстракт женьшеня производится путем экстрагирования водой, этанолом или их смесью растворимых компонентов из корней женьшеня, соответствующих описанию в разделе 2.1 а), или из сухого женьшеня, соответствующего описанию в разделе 2.2.1, с последующим фильтрованием и концентрированием. Продукт окрашен в темно-коричневый цвет и отличается высокой вязкостью. После сушки распылением или сублимационной сушки продукт может быть представлен также в порошкообразной форме.

2.2.4 Экстракт обработанного паром женьшеня

Экстракт обработанного паром женьшеня производится путем экстрагирования водой, этанолом или их смесью растворимых компонентов из обработанного паром женьшеня, соответствующего описанию в разделе 2.2.2, с последующим фильтрованием и концентрированием. Продукт окрашен в темно-коричневый цвет и отличается высокой вязкостью. После сушки распылением или сублимационной сушки продукт может быть представлен также в порошкообразной форме.

2.3 Формы представления

Разрешается любая форма представления продукта при условии, что продукт отвечает всем соответствующим требованиям настоящего стандарта и с должной точностью описан на этикетке, чтобы не вводить потребителя в замешательство или заблуждение.

¹ В ряде стран женьшень считается также лекарственным средством.

3. ОСНОВНОЙ СОСТАВ И ПОКАЗАТЕЛИ КАЧЕСТВА

3.1 Состав

3.1.1 Основные ингредиенты

Корни женьшеня в соответствии с определениями раздела 2.1 а).

3.2 Критерии качества

3.2.1 Запах, вкус, цвет и структура панаксозидов

Продукты из женьшеня должны иметь естественные запах, цвет, вкус, а также композицию панаксозидов², присущие конкретным видам женьшеня, и не содержать посторонних примесей.

3.2.2 Химические и физические характеристики

3.2.2.1 Сухой женьшень и обработанный паром, а затем высушенный женьшень

- a) влажность: не более 14,0% (измельченный в порошок: не более 9,0%);
- b) зола: не более 6,0%;
- c) вещества, экстрагированные водонасыщенным н-бутанолом: не менее 20 мг/г³;
- d) панаксозид Rb1: обнаружение при помощи качественной реакции.

Кроме того, в тех случаях когда продукт произведен из *P. ginseng* C.A. Meyer, панаксозид Rf также подлежит качественному обнаружению.

3.2.2.2 Экстракт женьшеня и экстракт обработанного паром, а затем высушенного женьшеня

3.2.2.2.1 Экстракт женьшеня (жидкая форма)

- a) сухие вещества: не менее 60,0%;
- b) не растворимые в воде сухие вещества: не более 3,0%;
- c) вещества, экстрагированные водонасыщенным н-бутанолом: не менее 40 мг/г³;
- d) панаксозид Rb1: обнаружение при помощи качественной реакции.

Кроме того, в тех случаях когда продукт произведен из *P. ginseng* C.A. Meyer, панаксозид Rf также подлежит качественному обнаружению.

3.2.2.2.2 Экстракт женьшеня (порошкообразная форма)

- a) влажность: не более 8,0%;
- b) не растворимые в воде сухие вещества: не более 3,0%;
- c) вещества, экстрагированные водонасыщенным н-бутанолом: не менее 60 мг/г³;
- d) панаксозид Rb1: обнаружение при помощи качественной реакции.

Кроме того, в тех случаях когда продукт произведен из *P. ginseng* C.A. Meyer, панаксозид Rf также подлежит качественному обнаружению.

3.3 Определение дефектов

Дефекты сухого женьшеня и обработанного паром сухого женьшеня:

- a) **поврежденный насекомыми женьшень:** женьшень с видимыми следами повреждений, вызванных насекомыми, или содержащий мертвых насекомых;
- b) **пораженный плесенью женьшень:** женьшень с видимым поражением плесенью.

3.4 Определение дефектной продукции

Единица продукции, не соответствующая одному или нескольким применимым требованиям к качеству, определенным в разделах 3.2 и 3.3, считается дефектной.

² Своими уникальными свойствами женьшень обязан сложной смеси сапонинов, которые часто называют панаксозидами (или гинзенозидами). Описано свыше 30 панаксозидов, основными из которых являются панаксозиды Rb1 и Rf. Панаксозид Rb1 содержится во всех видах рода *Panax*, тогда как панаксозид главным образом содержится в женьшене вида *Panax ginseng* C.A. Meyer.

³ Показывает содержание сырых сапонинов.

3.5 Принятие партии продукта

Партия продукта считается удовлетворяющей применимым требованиям к качеству, приведенным в разделах 3.2 и 3.3, если количество дефектных единиц продукции, определенных согласно разделу 3.4, не превышает приемочного числа (с) для надлежащей схемы отбора проб с AQL 6,5.

4. ПИЩЕВЫЕ ДОБАВКИ

Пищевые добавки в продуктах, на которые распространяется настоящий стандарт, не допускаются.

5. ЗАГРЯЗНЯЮЩИЕ ВЕЩЕСТВА

5.1 Продукты, на которые распространяется настоящий стандарт, должны соответствовать требованиям о максимальных уровнях, предусмотренных в *Общем стандарте Кодекса на загрязняющие примеси и токсины в пищевых продуктах и кормах* (CODEX/STAN 193-1995).

5.2 Продукты, на которые распространяется настоящий стандарт, должны соответствовать требованиям о максимально допустимых уровнях остаточных количеств пестицидов, установленным Комиссией "Кодекс Алиментарийс".

6. ГИГИЕНА

6.1 Подготовку и последующее обращение продуктов, на которые распространяются положения настоящего стандарта, рекомендуется осуществлять с соблюдением требований соответствующих разделов *Общих принципов гигиены пищевых продуктов* (CAC/RCP 1-1969) и других соответствующих документов Кодекса, таких как кодексы гигиенической практики и своды правил Кодекса.

6.2 Продукты должны соответствовать микробиологическим критериям в соответствии с *Принципами разработки и применения микробиологических критериев для пищевых продуктов* (CAC/GL 21-1997).

7. МАРКИРОВКА

Продукты, на которые распространяются положения настоящего стандарта, должны маркироваться в соответствии с *Общим стандартом Кодекса на маркировку расфасованных пищевых продуктов* (CODEX STAN 1-1985). Любые заявления о пользе для здоровья, если это необходимо, должны соответствовать положениям *Методических указаний об использовании заявлений о пищевых свойствах и заявлений о пользе для здоровья* (CAC/GL 23-1997).

Кроме того, применяются следующие специальные положения:

7.1 Наименование продукта

7.1.1 Продукты, определения которых содержатся в разделах 2.2.1, 2.2.2, 2.2.3 и 2.2.4, должны называться *сушеный женьшень, обработанный паром сушеный женьшень, экстракт женьшеня и экстракт обработанного паром женьшеня* соответственно. В том случае, когда эти продукты произведены из *P. ginseng* C.A. Meuer, они могут называться *белый женьшень, красный женьшень, экстракт белого женьшеня и экстракт красного женьшеня*.

7.1.2 Информация о форме представления продукта указывается на этикетке вместе с наименованием продукта или в непосредственной близости от наименования продукта, чтобы не вводить потребителя в замешательство или заблуждение.

7.2 Наименование вида женьшеня

На упаковке всех продуктов из женьшеня должно указываться научное или традиционное название женьшеня, использовавшегося в качестве сырья. Традиционные названия видов женьшеня должны обозначаться в соответствии с законом и традициями страны, в которой реализуются продукты, и таким образом, чтобы не вводить потребителя в заблуждение.

7.3 Страна происхождения

Страна происхождения продукта и/или сырья должна указываться, если отсутствие такого указания может ввести потребителя в заблуждение либо означает его обман.

7.4 Маркировка транспортной тары

Информация для транспортной тары должна быть указана либо на транспортной таре, либо в сопроводительных документах за исключением наименования продукта, обозначения партии и местонахождения производителя, упаковщика или дистрибьютора, а также инструкции по хранению, которые должны указываться на транспортной таре. Обозначение партии, а также местонахождение производителя, упаковщика или дистрибьютора допускается заменять идентификационным знаком, если такой знак четко указан в сопроводительных документах.

7.5 Факультативная маркировка

Продукты могут иметь четкую маркировку, чтобы показать, что они не предназначены для медицинских целей, а также соответствовать другим требованиям к маркировке, установленным в стране, в которой реализуются продукты из женьшеня.

8. МЕТОДЫ АНАЛИЗА И ОТБОРА ПРОБ

8.1 Методы анализа

ПРЕДМЕТ ОПРЕДЕЛЕНИЯ	МЕТОД	ПРИНЦИП	ТИП
Влага	АОАС 925.45 В (Сухой женьшень) Масса образца: 2 г АОАС 925.45 D (Экстракт женьшеня) Масса образца: 1,5 г (смешан с 20 г кварцевого песка)	гравиметрия	I
Сухие вещества	АОАС 925.45 В (Сухой женьшень) – вычисляется вычитанием содержания влаги из 100% Масса образца: 2 г АОАС 925.45 D (Экстракт женьшеня) – вычисляется вычитанием содержания влаги из 100% Масса образца: 1,5 г (смешан с 20 г кварцевого песка)	вычисление	I
Зола	АОАС 923.03 ААСС Intl 08-01.01	гравиметрия	I
Не растворимые в воде сухие вещества	В соответствии с описанием в Приложении I	гравиметрия	I
Вещества, экстрагированные водонасыщенными растворами н-бутанола	В соответствии с описанием в Приложении II	гравиметрия	I
Определение панаксозидов Rb1 и Rf	В соответствии с описанием в Приложении III	ТСХ или ВЭЖХ	IV

Эталонные методы

1. Стандартная операционная процедура (СОП) по определению содержания влаги (*прилагается к настоящему стандарту*)
2. Стандартная операционная процедура (СОП) по определению содержания золы (*прилагается к настоящему стандарту*)

ПРИЛОЖЕНИЕ I

Определение содержания не растворимых в воде сухих веществ

1. СФЕРА ПРИМЕНЕНИЯ

Данный метод может применяться для анализа экстракта женьшеня (жидкая и порошкообразная формы).

2. ПРИНЦИПЫ

Пробы растворяют в дистиллированной воде и центрифугируют. Надосадочную жидкость удаляют, оставшееся твердое вещество осаждают и высушивают. Его масса принимается за содержание не растворимых в воде сухих веществ.

3. ОБОРУДОВАНИЕ

3.1 Центрифуга (с регулируемой температурой)

3.2 Центрифужные пробирки

3.3 Пробирка для отделения сыворотки

3.4 Сушильный шкаф с термостатом (регулировка температуры с точностью $\pm 1^\circ\text{C}$)

3.5 Электронные весы (точность до 0,1 мг)

3.6 Эксикатор (силикагель)

3.7 Щипцы тигельные

4. ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

4.1 Поместить центрифужную пробирку в сушильный шкаф при 105°C на 3 часа. После сушки поместить центрифужную пробирку в эксикатор, оставить при комнатной температуре на 30 минут, затем измерить ее массу.

4.2 Повторять 4.1 до достижения постоянной массы центрифужной пробирки. (Примечание: время сушки должно составлять 1-2 часа.)

4.3 Навеску образца в 1 г поместить в центрифужную пробирку с известной постоянной массой⁴.

4.4 Добавить в пробирку с образцом 15 мл дистиллированной воды, чтобы развести образец.

4.5 Центрифугировать пробирку при комнатной температуре при 1000 g^5 в течение 15 минут, затем сразу же убрать надосадочную жидкость, используя пробирку для отделения сыворотки, стараясь не касаться отделившегося осадка. Надосадочную жидкость можно удалять не полностью, чтобы не допустить потери взвешенного осадка.

4.6 Повторить 4.4 и 4.5 еще два раза с остающимся в пробирке осадком.

4.7 Поместить центрифужную пробирку с оставшимся образцом в сушильный шкаф при 105°C на 5 часов.

4.8 После сушки поместить центрифужную пробирку в эксикатор, оставить при комнатной температуре на 30 минут, затем измерить ее массу.

4.9 Повторять 4.7 и 4.8 до тех пор, пока не будет достигнута постоянная масса центрифужной пробирки с образцом. (Примечание: время сушки должно составлять 1-2 часа.)

4.10 Содержание не растворимых в воде сухих веществ рассчитывается следующим образом:

$$\text{Содержание не растворимых в воде сухих веществ (\%)} = \frac{W_1 - W_0}{S} \times 100,$$

W_0 : масса центрифужной пробирки (г);

W_1 : масса центрифужной пробирки с сухим остатком после сушки (г);

S : масса образца (г).

⁴ Постоянная масса – наименьшее из последовательно полученных значений, когда разница масс при текущем измерении и предыдущем составляет менее 2 мг.

⁵ $g = G \frac{M}{R^2}$ (g – ускорение силы тяжести, G – постоянная силы тяжести, R – радиус, M – масса)

ПРИЛОЖЕНИЕ II

Определение веществ, экстрагированных из женьшеня водонасыщенным раствором н-бутанола

1. СФЕРА ПРИМЕНЕНИЯ

Данный метод может применяться для анализа сухого женьшеня и экстрактов женьшеня (жидкая и порошкообразная формы).

2. ПРИНЦИП МЕТОДА

Сырой сапонин экстрагируется из продуктов из женьшеня с использованием в качестве растворителя водонасыщенного н-бутанола после удаления неполярных липидов и углеводов с использованием диэтилового эфира и дистиллированной воды.

3. ПРИБОРЫ, ПОСУДА И АППАРАТУРА

- 3.1 Воронка делительная (250 мл)
- 3.2 Колба круглая плоскодонная (200-300 мл)
- 3.3 Колба коническая (200-300 мл)
- 3.4 Стандартное сито (№ 80).
- 3.5 Фильтровальная бумага (№ 2)
- 3.6 Воронка стеклянная
- 3.7 Шейкер лабораторный
- 3.8 Ротационный испаритель
- 3.9 Водяная баня-термостат
- 3.10 Электронные весы (точность до 0,1 мг)
- 3.11 Шкаф сушильный с термостатом (регулировка температуры с точностью $\pm 1^{\circ}\text{C}$)
- 3.12 Эксикатор (с силикагелем)
- 3.13 Мельница лабораторная
- 3.14 Щипцы тигельные

4. РЕАКТИВЫ

- 4.1 Н-бутанол (требования к качеству реактива выше требований Европейской фармакопеи)
- 4.2 Диэтиловый эфир (требования к качеству реактива выше требований Европейской фармакопеи)
- 4.3 Вода дистиллированная

5. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ВОДОНАСЫЩЕННОГО РАСТВОРА Н-БУТАНОЛА

- 5.1 Смешать н-бутанол и дистиллированную воду в соотношении 70:30.
- 5.2 Поместить в лабораторный шейкер на достаточное время, затем дать отстояться, чтобы верхний слой (водонасыщенный раствор н-бутанола) и нижний слой (вода) полностью разделились.
- 5.3 После полного разделения слоев водонасыщенный раствор н-бутанола отобрать в сосуд для дальнейшего использования и плотно закрыть.

6. ПРЕДВАРИТЕЛЬНАЯ ОБРАБОТКА ОБРАЗЦОВ

Образцы сухого женьшеня измельчают в лабораторной мельнице и просеивают через лабораторное сито №80. Экстракт женьшеня для этого анализа используется без первичной подготовки.

7. ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ ДЛЯ СУХОГО ЖЕНЬШЕНЯ

- 7.1 Взвесить около 5 г образца (точная навеска) и поместить в круглую колбу (А). Затем добавить 50 мл водонасыщенного раствора н-бутанола. Провести экстрагирование с обратным холодильником на водяной бане с постоянной температурой 75-80°C в течение 1 часа и отставить на 30 минут.
- 7.2 Профильтровать и перелить в делительную воронку полученный в 7.1 раствор.
- 7.3 Дважды повторить 7.1 и 7.2 для получения в круглой колбе (А) твердых остатков.
- 7.4 Добавить 50 мл дистиллированной воды к смешанному раствору, полученному в 7.2-7.3, и перемешать, используя лабораторный шейкер (перемешивать приблизительно 15 минут). Дать отстояться, чтобы верхний слой (водонасыщенный раствор н-бутанола) и нижний слой (вода) полностью разделились.
- 7.5 Отобрать верхний слой (водонасыщенный раствор н-бутанола) в заранее взвешенную коническую колбу (В) и концентрировать в вакууме в роторном испарителе (при 60°C) образец, пока жидкость полностью не удалится.
- 7.6 Добавить 50 мл диэтилового эфира в колбу (В), содержащую осадок, и снова провести экстрагирование на водяной бане с обратным холодильником при постоянной температуре 46°C в течение 30 минут.
- 7.7 Отобрать диэтиловый эфир из колбы (В) путем фильтрования образца через фильтровальную бумагу, затем собрать осадок на фильтровальной бумаге в колбе (В), растворив его метанолом.
- 7.8 Концентрировать содержимое колбы (В) до исчезновения запахов диэтилового эфира и метанола.
- 7.9 После сушки колбы (В) в сушильном шкафу при 105°C в течение 1 часа поместить колбу в эксикатор при комнатной температуре, оставить на 1 час и затем взвесить.
- 7.10 Содержание в сухом женьшене веществ, экстрагированных водонасыщенным н-бутанолом, рассчитывается по следующей формуле:

$$\text{Содержание экстрагированных водонасыщенным н-бутанолом веществ (мг/г)} = \frac{W_1 - W_0}{S},$$

W_0 : масса колбы (мг);

W_1 : масса колбы после концентрирования и сушки (мг);

S: масса образца (г).

8. ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ ДЛЯ ЭКСТРАКТОВ ЖЕНЬШЕНЯ

- 8.1 Взвесить около 2 г образца (точная навеска), поместить в коническую колбу, добавить 60 мл дистиллированной воды для разведения образца и затем перенести его в делительную воронку (А).
- 8.2 Добавить 60 мл диэтилового эфира, несколько раз встряхнуть воронку и затем удалить газ, открыв пробку. Повторить процедуру 8.2 два-три раза.
- 8.3 Перемешать содержимое делительной воронки, используя лабораторный шейкер (примерно 15 минут), и дать отстояться, чтобы верхний слой (диэтиловый эфир) и нижний слой (вода) полностью разделились.
- 8.4 Отобрать нижний слой (вода) в другую делительную воронку (В), добавить 60 мл водонасыщенного раствора н-бутанола, перемешать содержимое так же, как описано в 8.3, и дать отстояться, чтобы слои полностью разделились. Собрать надосадочный слой (слой водонасыщенного н-бутанола) и перенести в другую колбу.
- Примечание: нижний слой (вода) считается эмульсионным слоем на этом и двух последующих этапах разделения, но не на последнем этапе.
- 8.5 Повторить 8.4 еще два раза с нижним слоем (вода), оставшимся в делительной воронке (В). На последнем этапе разделения надосадочный слой, включая эмульсию, медленно удаляют, оставляя только верхний слой, открывая кран делительной воронки.
- 8.6 Собрать раствор (надосадочные слои от каждого этапа разделения), полученные в 8.4-8.6, в делительную воронку (В), добавить 50 мл дистиллированной воды и перемешать в тех же условиях, как описано в (с). Затем дать отстояться, пока верхний слой (н-бутанол) и нижний слой (вода) полностью не разделятся.

- 8.7** Перенести надосадочный слой (н-бутанол) в ранее взвешенную круглую колбу и концентрировать в вакууме (при 60°C), пока жидкость не удалится полностью.
- 8.8** Поместить круглую колбу в сушильный шкаф при 105°C на 1 час, затем поместить в эксикатор при комнатной температуре. Оставить на 1 час, затем взвесить.
- 8.9** Подсчитать содержание в экстракте женьшеня веществ, экстрагированных водонасыщенным н-бутанолом, используя тот же метод подсчета, что в 7.10.

ПРИЛОЖЕНИЕ III

Определение панаксозидов Rb₁ и Rf

Панаксозиды в продуктах из женьшеня могут определяться методами тонкослойной хроматографии (ТСХ) или высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРА ОБРАЗЦА

Сухой экстракт, полученный по методу, описанному в Приложении II, полностью растворить в 10 мл метанола и профильтровать через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

2. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ЭТАЛОННОГО РАСТВОРА

Эталонные образцы для панаксозида Rb₁ и панаксозида Rf растворяют в метаноле до концентрации 0,2%, затем растворы фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

3.1 Тонкослойная хроматография (ТСХ)

3.1.1 Приготовление проявляющего растворителя

- a) Смешать н-бутанол, этилацетат и воду в соотношении 50:10:40 (А) либо хлороформ, метанол и воду в соотношении 65:35:10 (В) в делительной воронке.
- b) Воронку встряхивать в течение достаточного времени, затем дать отстояться до полного разделения растворителей.
- c) При использовании в качестве проявляющего растворителя растворителя (А) отобрать только верхний слой, при использовании в качестве проявляющего растворителя растворителя (В) отобрать только нижний слой. Сохранить слои для последующего использования. Для чистоты проявляющего растворителя растворители следует отбирать над поверхностью раздела (растворитель А) или под поверхностью раздела (растворитель В) после их полного разделения.

3.1.2 Хроматографическая камера

- a) Использовать хроматографическую камеру с крышкой (камеру следует полностью герметизировать с помощью вазелина, глицерина и т.д.).
- b) Выстлать фильтровальной бумагой дно и стенки камеры и смочить бумагу проявляющим растворителем.
- c) Медленно налить проявляющий растворитель в камеру (приблизительно на половину расстояния от дна до стартовой линии на ТСХ-пластинке).
- d) Закрыть камеру крышкой и оставить до достаточного насыщения камеры (30 минут).

3.1.3 Подготовка ТСХ

- a) ТСХ-пластинку разрезать на части нужного размера – более 10 см длины и достаточной ширины для нанесения количества образцов, необходимого для определения панаксозидов.
- b) Пластинку перед использованием поместить в чистый сушильный шкаф и активировать в течение 10-15 минут при 110°C.
- c) Провести линию (стартовая линия) на расстоянии 1 см от нижнего края ТСХ-пластинки и отметить места для нанесения капель образцов. Затем ровно в 8 см от стартовой линии провести вторую линию (линия финиша).

3.1.4 Определение панаксозидов с помощью ТСХ

- a) Маркерные образцы панаксозидов и образцы растворов, приготовленных как описано выше, объемом 5 мкл каждый, каплями нанести на пластинку, при этом суша пластинку в потоке воздуха. Каждый образец следует делить на несколько капель и наносить аккуратно, чтобы не поцарапать силикогелевый слой ТСХ-пластинки.
- b) После того как капли нанесены, высушить ТСХ-пластинку в сушильном шкафу.
- c) Поместить ТСХ-пластинку в камеру стартовой линией к проявляющему раствору и проявить образцы.

- d) Когда проявляющий растворитель достигнет линии финиша, ТСХ-пластинку вынуть и высушить в сушильном шкафу.
- e) Равномерно распылить 10% раствор серной кислоты на ТСХ-пластинку.
- f) Поместить пластинку в сушильный шкаф с температурой 110°C на 5-10 минут для проявления окрашивания.
- g) Сравнить значения R_f и окраски веществ, выделенных из образца, со значениями R_f и окрасками маркерных образцов панаксозидов, чтобы определить соответствующие панаксозиды в продуктах из женьшеня.

$$R_f = \frac{\text{расстояние, пройденное раствором образца}}{\text{расстояние, пройденное проявляющим растворителем}}$$

3.2 Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ)

Раствор образца, приготовленный в соответствии с приведенным выше описанием, и маркерные образцы панаксозидов анализируются с использованием ВЭЖХ при условиях, описанных ниже. Панаксозиды в растворе образца можно определить, сравнивая их времена удерживания с пиками, продемонстрированными панаксозидными маркерными образцами.

Рабочие условия

- a) Колонка: колонка ODS
- b) Детектор: UV (длина волны 203 нм) или ELSD
- c) Элюент

UV: ацетонитрил:вода (30:70, в объемном отношении)

ELSD: ацетонитрил:вода:изопропанол (94,9:5,0:0,1, в объемном отношении)

- d) Скорость потока: 1,0 мл/мин~2,0 мл/мин

※ Примечание: данный аналитический протокол можно адаптировать к условиям конкретной лаборатории, но пики R_{b1} и R_f на хроматограмме не должны локализоваться ни в первые 5 минут, ни в последние 5 минут времени удерживания.

Эталонный метод 1

Стандартная операционная процедура по определению содержания влаги

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Данный метод может использоваться для анализа сухого женьшеня и экстракта женьшеня.

2. ПРИНЦИП МЕТОДА

Предполагается, что влага является единственным летучим компонентом в пищевом продукте. Влагу из образца пищевого продукта можно полностью удалить нагреванием при 105°C без каких бы то ни было химических изменений продукта.

3. ПРИБОРЫ, ПОСУДА И АППАРАТУРА

3.1 Бюкс с крышкой

3.2 Стекланная палочка (палочка должна быть такой длины, чтобы при погружении в бюкс с 20 г кварцевого песка под углом в 45° она выступала над поверхностью песка по меньшей мере на 1,5 см)

3.3 Сушильный шкаф с термостатом (регулировка температуры с точностью $\pm 1^\circ\text{C}$)

3.4 Электронные весы (точность до 0,1 мг)

3.5 Кварцевый песок (просеянный через сито размером 20-35 меш)

3.6 Эксикатор (с силикагелевым наполнителем)

3.7 Мельница лабораторная

3.8 Щипцы тигельные

4. ПРЕДВАРИТЕЛЬНАЯ ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ

Образцы сухого женьшеня измельчить до размера частиц около 3 мм. Экстракт женьшеня используется без предварительной обработки.

5. ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ ДЛЯ СУХОГО ЖЕНЬШЕНЯ И ЭКСТРАКТА ЖЕНЬШЕНЯ (ПОРОШКООБРАЗНАЯ ФОРМА)

5.1 Поместить бюкс вместе со снятой крышкой в сушильный шкаф при 105°C на 5 часов. После этого поместить бюкс, плотно закрытый крышкой в эксикатор, и оставить при комнатной температуре на 30 минут. Взвесить.

5.2 Повторять 5.1 до достижения постоянной массы бюкса и крышки. (Примечание: время сушки должно составлять 1-2 часа.)

5.3 Взвесить около 2 г образца (точная навеска) и поместить в бюкс с известной постоянной массой.

5.4 Поместить бюкс с образцом в сушильный шкаф при 105°C на 3 часа. Крышка бюкса при этом должна быть слегка приоткрыта, чтобы образец мог сушиться.

5.5 Поместить плотно закрытый бюкс в эксикатор, оставить при комнатной температуре на 30 минут, затем измерить массу.

5.6 Повторять 5.4 и 5.5 до достижения постоянной массы бюкса с образцом. (Примечание: время сушки должно составлять 1-2 часа.)

5.7 Содержание влаги рассчитывается по следующей формуле:

$$\text{Содержание влаги в образце (\%)} = \frac{S - (W_1 - W_0)}{S} \times 100,$$

W_0 : масса бюкса (г);

W_1 : масса бюкса с образцом после сушки (г);

S : масса образца (г).

6. ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ ДЛЯ ЭКСТРАКТА ЖЕНЬШЕНЯ (ЖИДКАЯ ФОРМА)

- 6.1** Поместить бюкс с 20 г кварцевого песка и стеклянной палочкой в сушильный шкаф при 105°C на 5 часов.
- 6.2** После сушки поместить бюкс в эксикатор, оставить при комнатной температуре на 30 минут, затем взвесить.
- 6.3** Повторять 6.1 и 6.2 до достижения постоянной массы бюкса с кварцевым песком и стеклянной палочкой. (Примечание: время сушки должно составлять 1-2 часа.)
- 6.4** Взвесить около 1,5 г образца (точная навеска) и поместить его в бюкс с известной постоянной массой. Хорошо смешать образец с песком и равномерно распределить полученную смесь по стенкам бюкса, используя стеклянную палочку.
- 6.5** Дальнейшие шаги и расчеты как в 5.4 и 5.5 раздела 5

Эталонный метод 2

Стандартная операционная процедура по определению содержания золы

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Данный метод может использоваться для анализа сухого женьшеня.

2. ПРИНЦИП МЕТОДА

Образцы собирают в тигель для анализа золы и сжигают при 525-600°C для удаления всех органических веществ. Вес минерального остатка считается содержанием золы в образце.

3. ПРИБОРЫ, ПОСУДА И АППАРАТУРА

3.1 Фарфоровый тигель с крышкой

3.2 Электроплитка лабораторная

3.3 Электропечь лабораторная муфельная с термостатом (регулировка температуры с точностью $\pm 1^\circ\text{C}$)

3.4 Электронные весы (точность до 0,1 мг)

3.5 Эксикатор (с силикагелевым наполнителем)

3.6 Мельница лабораторная

3.7 Щипцы тигельные

4. ПРЕДВАРИТЕЛЬНАЯ ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ

Образец сухого женьшеня измельчают на лабораторной мельнице до размера частиц около 3 мм.

5. ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

5.1 Прокаливать чистый фарфоровый тигель в электропечи при 550°C в течение 3-х часов. Оставить на 1 час при комнатной температуре, затем взвесить.

5.2 Повторять 5.1 до достижения постоянной массы. (Примечание: время прокаливания должно составлять 1-2 часа.)

5.3 Взвесить около 3 г образца (точная навеска) и поместить в тигель с известной постоянной массой.

5.4 Поместить тигель с образцом в электропечь при 550°C и довести образец до полного сгорания, нагревая накрытый крышкой тигель до образования ярко- или серовато-белой золы.

5.5 После завершения сгорания поместить тигель с образцом в эксикатор, оставить на 1 час при комнатной температуре.

5.6 Повторять 5.4-5.5 до получения постоянной массы тигля с образцом. (Примечание: время полного сгорания должно составлять 1-2 часа.)

5.7 Содержание золы рассчитывают по следующей формуле:

$$\text{Содержание золы в образце (\%)} = \frac{(W_2 - W_1)}{S} \times 100,$$

W_1 : масса фарфорового тигля до полного сгорания (г);

W_2 : масса фарфорового тигля после полного сгорания (г);

S: масса образца (г).