

# CODEX ALIMENTARIUS

NORMES ALIMENTAIRES INTERNATIONALES



Organisation des Nations  
Unies pour l'alimentation  
et l'agriculture



Organisation  
mondiale de la Santé

E-mail: [codex@fao.org](mailto:codex@fao.org) - [www.codexalimentarius.org](http://www.codexalimentarius.org)

---

## NORME POUR LES PRODUITS À BASE DE GINSENG

CXS 321-2015

**Adoptée en 2015. Amendée en 2022.**

Cette Norme remplace la Norme régionale CODEX STAN 295R-2009.

### Amendements de 2022

Les amendements suivants ont été apportés au texte de la norme par suite des décisions prises lors de la quarante-cinquième session de la Commission du Codex Alimentarius en décembre 2022.

Page	Emplacement	Texte dans version précédente	Texte dans la version amendée
5	Section 7.4 Étiquetage des récipients non destinés à la vente au détail	Les renseignements concernant les récipients non destinés à la vente au détail doivent figurer soit sur le récipient, soit sur les documents d'accompagnement, exception faite du nom du produit, de l'identification du lot, du nom et de l'adresse du fabricant, de l'emballeur, du distributeur, ou de l'importateur ainsi que des instructions relatives à l'entreposage, lesquels doivent figurer sur le récipient. Cependant, l'identification du lot ainsi que le nom et l'adresse du fabricant, de l'emballeur, du distributeur ou de l'importateur peuvent être remplacés par une marque d'identification, à condition que cette marque puisse être clairement identifiée à l'aide des documents d'accompagnement.	L'étiquetage des récipients non destinés à la vente au détail doit être conforme à la <i>Norme générale sur l'étiquetage des récipients de denrées alimentaires non destinés à la vente au détail</i> (CXS 346-2021).

## 1. CHAMP D'APPLICATION

La présente norme s'applique aux produits à base de ginseng tels qu'ils sont définis dans la section 2 ci-dessous, lorsque ce produit est destiné à la consommation directe, y compris la restauration, ou au reconditionnement si besoin est. La présente norme s'applique aux produits à base de ginseng utilisés comme aliments ou ingrédients alimentaires et ne vise pas les produits utilisés à des fins médicinales<sup>1</sup>.

## 2. DESCRIPTION

### 2.1 Définition du produit

Les produits à base de ginseng désignent les produits:

- (a) préparés à partir de n'importe quelle partie de racines fraîches et saines de ginseng *Panax ginseng* C.A. Meyer ou *P. quinquefolius* L., espèces cultivées à des fins commerciales et utilisées comme aliments;
- (b) emballés de manière à préserver les caractéristiques qualitatives et nutritionnelles et la sécurité sanitaire des produits;
- (c) traités de façon appropriée, soumis à des opérations telles que le séchage, l'étuvage, la coupe, la transformation en poudre, l'extraction et la concentration conformément à la section 2.2.

### 2.2 Types de produits à base de ginseng

Les produits à base de ginseng couverts par la présente norme peuvent se présenter comme suit:

#### 2.2.1 Ginseng séché

Le *ginseng séché* est le produit obtenu lorsque les racines de ginseng définies dans la section 2.1 (a), sont séchées de façon appropriée comme le séchage au soleil, à l'air chaud ou par toute autre méthode de séchage reconnue. Le produit peut être classé dans l'une des catégories de produits issus de la racine principale et/ou des racines latérales ou du ginseng en poudre ou en tranches.

#### 2.2.2 Ginseng étuvé et séché

Le *ginseng étuvé et séché* est le produit obtenu lorsque les racines de ginseng définies dans la section 2.1 (a) sont soumises à l'étuvage et à la méthode de séchage visée dans la section 2.2.1. Le produit peut être classé dans l'une des catégories de produits issus de la racine principale et/ou des racines latérales ou du ginseng en poudre ou en tranches.

#### 2.2.3 Extrait de ginseng

L'*extrait de ginseng* est le produit obtenu après extraction des composants solubles des racines de ginseng défini dans la section 2.1 (a) ou de *ginseng séché* défini dans la section 2.2.1, à l'aide d'eau, d'éthanol ou d'un mélange des deux, filtré et concentré. Le produit présente une coloration foncée et une viscosité élevée. Le produit peut aussi être présenté sous la forme d'une poudre obtenue moyennant séchage par atomisation ou lyophilisation.

#### 2.2.4 Extrait de ginseng étuvé

L'*extrait de ginseng étuvé* est le produit obtenu après extraction des composants solubles du *ginseng étuvé et séché* défini dans la section 2.2.2, à l'aide d'eau, d'éthanol ou d'un mélange des deux, filtré et concentré. Le produit présente une coloration foncée et une viscosité élevée. Le produit peut aussi être présenté sous la forme d'une poudre obtenue moyennant séchage par atomisation ou lyophilisation.

## 2.3 Modes de présentation

Les modes de présentation doivent être permis à condition que le produit remplisse toutes les exigences pertinentes de la norme, et que leur description figure correctement sur l'étiquette afin d'éviter de dérouter ou d'induire le consommateur en erreur.

## 3. FACTEURS ESSENTIELS DE COMPOSITION ET DE QUALITÉ

### 3.1 Composition

#### 3.1.1 Ingrédients de base

Racines de ginseng tel que définies dans la section 2.1 (a).

---

<sup>1</sup> Dans certains pays, le ginseng est considéré comme un médicament.

## 3.2 Critères de qualité

### 3.2.1 Odeur, couleur et teneur en ginsénosides

Les produits à base de ginseng doivent avoir une odeur, une couleur et une saveur normales et une teneur en ginsénosides<sup>2</sup>, caractéristique des espèces spécifiques de ginseng et être exempts de matières étrangères.

### 3.2.2 Propriétés chimiques et physiques

#### 3.2.2.1 Ginseng séché et ginseng étuvé et séché

- (a) Humidité: 14 pour cent au maximum (en poudre: 9 pour cent au maximum).
- (b) Cendres: 6 pour cent au maximum.
- (c) Extrait de n-butanol saturé d'eau: 20 mg/g au minimum<sup>3</sup>.
- (d) Ginsénoside Rb1: détecté en termes qualitatifs.

En outre, dans le cas du produit fabriqué à partir de *P. ginseng* C.A. Meyer, le ginsénoside Rf doit également être détecté en termes qualitatifs.

#### 3.2.2.2 Extrait de ginseng et extrait de ginseng étuvé

##### 3.2.2.2.1 Extrait de ginseng (sous forme liquide)

- (a) Matière sèche: 60 pour cent au minimum.
- (b) Matière sèche non soluble dans l'eau: 3 pour cent au maximum.
- (c) Extrait de n-butanol saturé d'eau: 40 mg/g au minimum<sup>3</sup>.
- (d) Ginsénoside Rb1: détecté en termes qualitatifs.

En outre, dans le cas du produit fabriqué à partir de *P. ginseng* C.A. Meyer, le ginsénoside Rf doit également être détecté en termes qualitatifs.

##### 3.2.2.2.2 Extrait de ginseng (en poudre)

- (a) Humidité: 8 pour cent au maximum.
- (b) Matière sèche non soluble dans l'eau: 3 pour cent au maximum.
- (c) Extrait de n-butanol saturé d'eau: 60 mg/g au minimum<sup>3</sup>.
- (d) Ginsénoside Rb1: détecté en termes qualitatifs.

En outre, dans le cas du produit fabriqué à partir de *P. ginseng* C.A. Meyer, le ginsénoside Rf doit également être détecté en termes qualitatifs.

## 3.3 Définition des défauts

Les défauts ci-après peuvent affecter le ginseng séché et le ginseng étuvé et séché.

- (a) **Ginseng attaqué par les insectes:** Ginseng auquel les insectes ont causé des dégâts visibles ou qui contient des insectes morts.
- (b) **Ginseng moisi:** Ginseng visiblement touché par des moisissures.

## 3.4 Classification des unités « défectueuses »

Tout récipient qui ne répond pas à une ou plusieurs des spécifications applicables en matière de qualité stipulées aux sections 3.2 et 3.3 doit être considéré comme « défectueux ».

## 3.5 Acceptation des lots

Un lot doit être considéré comme répondant aux spécifications applicables en matière de qualité définies aux sections 3.2 et 3.3 lorsque le nombre des unités « défectueuses » définies à la section 3.4 ne dépasse pas le critère d'acceptation (c) du plan d'échantillonnage approprié, en fonction d'un NQA de 6,5.

---

<sup>2</sup> Les composants caractéristiques du ginseng sont un mélange complexe de saponines souvent appelés ginsénosides, et l'on en connaît plus de 30. Le ginsénoside Rb1 et le ginsénoside Rf figurent parmi les plus connus. Le ginsénoside Rb1 est identifié dans toutes les espèces de ginseng en quantités, tandis que le ginsénoside Rf est identifié principalement dans *Panax ginseng* C.A. Meyer.

<sup>3</sup> Indiquant la teneur en saponine brute

#### 4. ADDITIFS ALIMENTAIRES

Aucun additif n'est autorisé dans les produits couverts par la présente norme.

#### 5. CONTAMINANTS

5.1 Les produits visés par les dispositions de la présente norme doivent être conformes aux limites maximales de la *Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (CXS 193-1995).

5.2 Les produits visés par les dispositions de la présente norme doivent être conformes aux limites maximales de résidus pour les pesticides fixées par la Commission du Codex Alimentarius.

#### 6. HYGIÈNE

6.1 Il est recommandé de préparer et manipuler les produits couverts par les dispositions de cette norme conformément aux sections appropriées des *Principes généraux d'hygiène alimentaire* (CXC 1-1969) et d'autres documents du Codex pertinents tels que les codes d'usages en matière d'hygiène et les codes d'usages.

6.2 Les produits doivent être conformes à tout critère microbiologique établi en conformité avec les *Principes et directives pour l'établissement et l'application de critères microbiologiques relatifs aux aliments* (CXG 21-1997).

#### 7. ÉTIQUETAGE

Le produit couvert par les dispositions de la présente norme doit être étiqueté conformément à la *Norme générale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées* (CXS 1-1985). Toute allégation relative à la santé doit être conforme aux *Directives pour l'emploi des allégations relatives à la nutrition et à la santé* (CXG 23-1997), si nécessaire.

En outre, les dispositions spécifiques suivantes sont applicables:

##### 7.1 Nom du produit

7.1.1 Le nom des produits définis dans les sections 2.2.1, 2.2.2, 2.2.3 et 2.2.4 sera *ginseng racine entière séché, ginseng étuvé séché, extrait de ginseng racine entière, extrait de ginseng étuvé* respectivement. Dans ce cas, les produits fabriqués à partir de *P. ginseng* C.A. Meyer peuvent être appelés *ginseng blanc, ginseng rouge, extrait de ginseng blanc et extrait de ginseng rouge*.

7.1.2 L'étiquette doit contenir, avec ou à proximité du nom du produit, des indications concernant le mode de présentation destinées à éviter que le consommateur ne soit induit en erreur ou détourné.

##### 7.2 Nom de l'espèce de ginseng

Tous les produits à base de ginseng doivent être désignés par le nom scientifique ou le nom courant du ginseng utilisé comme matière première. Les noms courants des espèces de ginseng doivent être déclarés, conformément aux lois et usages du pays où les produits sont consommés, afin d'éviter que le consommateur ne soit induit en erreur.

##### 7.3 Pays d'origine

Le pays d'origine du produit et/ou de la matière première doit être déclaré, si son omission pourrait induire en erreur ou tromper le consommateur.

##### 7.4 Étiquetage des récipients non destinés à la vente au détail

L'étiquetage des récipients non destinés à la vente au détail doit être conforme à la *Norme générale sur l'étiquetage des récipients de denrées alimentaires non destinés à la vente au détail* (CXS 346-2021).

##### 7.5 Dispositions facultatives d'étiquetage

L'étiquetage des produits pourrait indiquer clairement que les produits ne sont pas destinés à un usage médicinal, et préciser d'autres dispositions d'étiquetage stipulées par le pays où les produits à base de ginseng sont distribués.

## 8. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

### 8.1 Méthodes d'analyse

DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE
Humidité	AOAC 925.45 B* *(Ginseng séché) Quantité de l'échantillon: 2 g  AOAC 925.45 D (Extrait de ginseng) Quantité de l'échantillon: 1,5 g (en mélangeant avec 20 g de sable de mer)	Gravimétrie	I
Matière sèche	AOAC 925.45 B (Ginseng séché) calculée en soustrayant la teneur en humidité de 100%. Quantité de l'échantillon: 2 g  AOAC 925.45 D (Extrait de ginseng) – calculée en soustrayant la teneur en humidité de 100% Quantité de l'échantillon: 1,5 g (en mélangeant avec 20 g de sable de mer)	Calcul	I
Cendres	AOAC 923.03 AACC Intl 08-01.01	Gravimétrie	I
Matières sèches insolubles dans l'eau	Décrite à l'Annexe I	Gravimétrie	I
Extraits de n-butanol saturé d'eau	Décrite à l'Annexe II	Gravimétrie	I
Identification des ginsénosides Rb1 et Rf	Décrite à l'Annexe III	CCM ou CLHP	IV

### Bibliographie

1. Procédure opérationnelle permanente pour la détermination de la teneur en eau (*rattachée à la norme*)
2. Procédure opérationnelle permanente pour la détermination de la teneur en cendres (*rattachée à la norme*)

## ANNEXE I

### Détermination de la teneur en matière sèche non soluble dans l'eau

#### 1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode peut être utilisée pour l'analyse de l'extrait de ginseng (sous forme liquide et en poudre).

#### 2. PRINCIPES

Les échantillons sont dissous dans l'eau distillée puis centrifugés. Le surnageant est éliminé et la matière sèche restante est précipitée puis séchée. Son poids est déterminé par la teneur en matière sèche non soluble dans l'eau.

#### 3. ÉQUIPEMENTS ET APPAREILS

- 3.1 Centrifugeuse (thermostatique).
- 3.2 Tubes à centrifuger pour la centrifugation.
- 3.3 Tube avec gel séparateur (SST) ou micro-pipette.
- 3.4 Four de séchage équipé d'un thermostat ( $\pm 1^\circ\text{C}$  contrôle de température).
- 3.5 Balance électronique (mesurant jusqu'à 0,1 mg).
- 3.6 Dessiccateur (gel de silice).
- 3.7 Pince.

#### 4. PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

- 4.1 Faites sécher un tube à centrifuger dans un four à séchage à  $105^\circ\text{C}$  pendant trois heures. Une fois séché, placez le tube à centrifuger dans un dessiccateur, laissez-le reposer à température ambiante pendant 30 minutes, puis enregistrez son poids.
- 4.2 Renouvelez l'étape 4.1 de la procédure jusqu'à obtention d'un poids constant du tube à centrifuger. Notez toutefois que le temps de séchage doit être de une à deux heures.
- 4.3 Pesez précisément environ 1 g de l'échantillon et placez-le dans le tube à centrifuger dont vous connaissez le poids constant<sup>4</sup>.
- 4.4 Ajoutez 15 ml d'eau distillée dans le tube à centrifuger contenant l'échantillon afin de le dissoudre.
- 4.5 Centrifugez le tube à température ambiante à  $1\ 000\times g^5$  pendant 15 minutes. Ensuite, retirez immédiatement le surnageant à l'aide d'un tube avec gel séparateur (SST) sans toucher le précipité formé. Il se peut que vous ne puissiez pas retirer l'intégralité du surnageant puisqu'il est nécessaire d'en conserver une petite quantité pour éviter la perte de matière sèche en suspension.
- 4.6 Renouvelez deux fois les étapes 4.4 et 4.5 de la procédure avec le reliquat de matière sèche se trouvant dans le tube à centrifuger.
- 4.7 Séchez le tube à centrifuger contenant le reste d'échantillon dans un four de séchage à  $105^\circ\text{C}$  pendant cinq heures.
- 4.8 Une fois séché, placez le tube à centrifuger dans un dessiccateur, laissez-le reposer à température ambiante pendant 30 minutes puis pesez-le.
- 4.9 Renouvelez les étapes 4.7 et 4.8 de la procédure jusqu'à obtention d'un poids constant du tube à centrifuger contenant l'échantillon. Notez toutefois que le temps de séchage doit être de une à deux heures.
- 4.10 La teneur en matière sèche non soluble dans l'eau est calculée comme suit:

$$\text{Teneur en matière sèche non soluble dans l'eau (\%)} = \frac{W_1 - W_0}{S} \times 100 \quad \frac{W_1 - W_0}{S} \times 100$$

$W_0$ : Poids du tube à centrifuger (g)

$W_1$ : Poids du tube à centrifuger avec résidu de matière sèche après séchage (g)

S: Poids de l'échantillon (g)

<sup>4</sup> Le poids constant est la plus faible valeur des poids mesurés de manière successive lorsque la différence pondérale entre la mesure la plus récente du poids et la mesure précédente du poids est inférieure à 2 mg.

<sup>5</sup>  $g = G \frac{M}{R^2}$  (g: accélération gravimétrique, G: constante de la gravité, R: rayon, M: masse)

## **ANNEXE II**

### **Détermination de la teneur en extraits de n-butanol saturé d'eau**

#### **1. CHAMP D'APPLICATION**

Cette méthode peut être utilisée pour l'analyse du ginseng séché et l'extrait de ginseng (sous forme liquide et en poudre).

#### **2. PRINCIPES**

La saponine brute est extraite des produits à base de ginseng à l'aide de n-butanol saturé d'eau utilisé, comme solvant après élimination des lipides non polaires et des hydrates de carbone grâce à l'éther éthylique et l'eau distillée.

#### **3. ÉQUIPEMENTS ET APPAREILS**

- 3.1 Ampoule à décanter (250 ml).
- 3.2 Ballon à fond plat (200-300 ml).
- 3.3 Erlenmeyer (200-300 ml).
- 3.4 Tamis ordinaire (n° 80).
- 3.5 Papier filtre (n° 2).
- 3.6 Entonnoir en verre.
- 3.7 Agitateur décanteur.
- 3.8 Évaporateur rotatif.
- 3.9 Bain-marie à température constante.
- 3.10 Balance électronique (mesurant jusqu'à 0,1 mg).
- 3.11 Four de séchage équipé d'un thermostat ( $\pm 1^\circ\text{C}$  contrôle de température).
- 3.12 Dessiccateur (gel de silice).
- 3.13 Broyeur.
- 3.14 Pince.

#### **4. RÉACTIFS**

- 4.1 n-butanol (supérieur à qualité EP).
- 4.2 Éther éthylique (supérieur à qualité EP).
- 4.3 Eau distillée.

#### **5. PRÉPARATION DE LA SOLUTION DE N-BUTANOL SATURÉ D'EAU**

- 5.1 Mélangez le n-butanol avec l'eau distillée à raison de 70:30.
- 5.2 Agitez suffisamment le mélange et laissez reposer pour que la phase supérieure (couche de n-butanol saturé d'eau) et la phase inférieure (couche d'eau) se séparent complètement.
- 5.3 Une fois la séparation complète réalisée, la phase de n-butanol saturé d'eau est stockée dans un récipient muni d'un couvercle jusqu'à un usage ultérieur.

#### **6. PRÉ-TRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS**

Les échantillons de ginseng séché sont pulvérisés à l'aide d'un broyeur et passés au tamis de 80 à des fins expérimentales. L'extrait de ginseng est utilisé dans l'expérience tel quel.

#### **7. PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES POUR GINSENG SÉCHÉ**

- 7.1 Pesez précisément environ 5 g de l'échantillon et placez-le dans le ballon à fond plat (A). Ajoutez ensuite 50 ml de la solution de n-butanol saturé d'eau. Réalisez l'extraction en chauffant à reflux à l'aide d'un bain-marie à température constante de 75-80°C pendant une heure et laissez ensuite reposer pendant 30 minutes.
- 7.2 Transférez la solution obtenue à l'étape 7.1 dans une ampoule à décanter après l'avoir passée au papier filtre.

- 7.3** Renouvelez deux fois les étapes 7.1 et 7.2 de la procédure avec le reliquat de matière sèche se trouvant dans le ballon à fond plat (A).
- 7.4** Ajoutez 50 ml d'eau distillée à la solution mixte obtenue aux étapes 7.2-7.3, puis agitez la solution à l'aide d'un agitateur décanteur (15 minutes environ). Laissez reposer jusqu'à ce que la phase supérieure (couche de n-butanol saturé d'eau) et la phase inférieure (couche d'eau) soient complètement séparées.
- 7.5** Transférez la phase supérieure (couche de n-butanol saturé d'eau) dans une fiole à fond plat (B) préalablement pesée et procédez à la concentration sous vide et au séchage (60°C) de l'échantillon jusqu'à élimination complète du liquide.
- 7.6** Ajoutez 50 ml d'éther éthylique dans le ballon à fond plat (B) contenant les précipités et réchauffez à reflux à l'aide d'un bain-marie à température constante de 46°C pendant 30 minutes.
- 7.7** Éliminez l'éther éthylique dans la fiole à fond plat (B) en passant l'échantillon au papier filtre et recueillez ensuite les précipités sur le papier filtre dans une fiole à fond plat (B) en les dissolvant avec du méthanol.
- 7.8** Concentrez le contenu du ballon à fond plat (B) jusqu'à disparition des odeurs d'éther éthylique et de méthanol.
- 7.9** Après avoir séché le ballon à fond plat (B) dans un four de séchage à 105°C pendant une heure, placez-le dans un dessiccateur à température ambiante, laissez-le reposer pendant une heure puis pesez-le.
- 7.10** La teneur en n-butanol saturé d'eau du ginseng séché est calculée comme suit:

$$\text{Extrait de n-butanol saturé d'eau (mg/g)} = \frac{W_1 - W_0}{S} \frac{W_1 - W_0}{S}$$

$W_0$ : Poids du ballon (mg)

$W_1$ : Poids du ballon après concentration et séchage (mg)

S: Poids de l'échantillon (g)

## 8. PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES POUR EXTRAITS DE GINSENG

- 8.1** Pesez précisément environ 2 g d'échantillon dans un Erlenmeyer, ajoutez 60 ml d'eau distillée pour dissoudre l'échantillon et transférez-le ensuite dans une ampoule à décanter (A).
- 8.2** Ajoutez 60 ml d'éther éthylique, agitez l'ampoule à plusieurs reprises puis dégazez en ôtant le bouchon. Renouvelez l'étape 8.2 de la procédure ci-dessus deux à trois fois.
- 8.3** Agitez suffisamment l'ampoule à décanter à l'aide d'un agitateur décanteur (15 minutes environ) puis laissez reposer jusqu'à ce que la phase supérieure (couche d'éther éthylique) et la phase inférieure (couche d'eau) soient complètement séparées.
- 8.4** Transférez la phase inférieure (couche d'eau) vers une autre ampoule à décanter (B), ajoutez 60 ml de solution de n-butanol saturé d'eau, agitez l'ampoule dans les mêmes conditions que celles décrites à l'étape 8.3 et laissez reposer jusqu'à la séparation complète des phases. Le surnageant (couche de n-butanol saturé d'eau) est recueilli (prélèvement au-dessus de la surface limite) et transféré dans une autre fiole.
- \*À ce stade, la phase inférieure (couche d'eau) est considérée comme la couche d'émulsion pour les deux prochaines étapes de séparation mais pas pour la phase finale de séparation.
- 8.5** Renouvelez deux fois de plus l'étape 8.4 de la procédure sur la phase inférieure (couche d'eau) restée dans l'ampoule à décanter (B). Lors de la phase finale de séparation, le surnageant contenant l'émulsion est peu à peu éliminé en ouvrant le robinet de l'ampoule à décanter. Il ne reste que la phase supérieure.
- 8.6** Prélevez la solution (surnageants issus de chaque étape de séparation) obtenue dans l'ampoule à décanter (B), lors des étapes 8.4 et 8.6 de la procédure, ajoutez 50 ml d'eau distillée et agitez l'ampoule dans les mêmes conditions que celles décrites au paragraphe (c). Laissez ensuite reposer jusqu'à ce que la phase supérieure (couche de n-butanol) et la phase inférieure (couche d'eau) soient complètement séparées.
- 8.7** Transférez le surnageant (couche de n-butanol) dans la fiole à fond plat préalablement pesée et procédez à la concentration sous vide (60°C) jusqu'à élimination complète du liquide.
- 8.8** Séchez la fiole à fond plat dans un four de séchage à 105°C pendant une heure et placez-la ensuite dans un dessiccateur à température ambiante. Laissez-la reposer pendant une heure puis pesez-la.
- 8.9** Calculez la teneur en n-butanol saturé d'eau de l'extrait de ginseng en appliquant la même méthode que celle décrite à l'étape 7.10.

### **ANNEXE III**

#### **Identification des ginsénosides Rb<sub>1</sub> et Rf**

Les ginsénosides des produits à base de ginseng sont analysés par chromatographie en couche mince (CCM) ou par chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP).

#### **1. PRÉPARATION DE LA SOLUTION D'ÉCHANTILLONNAGE**

L'extrait de 1-butanol séché obtenu grâce à la méthode pour mesurer l'extrait de n-butanol saturé d'eau décrite dans l'Annexe IV est totalement dissous dans 10 ml de méthanol et ensuite filtré dans un tamis de 0,45 µm.

#### **2. PRÉPARATION DE LA SOLUTION TYPE**

Les substances de référence pour les ginsénosides Rb<sub>1</sub> et le ginsénoside Rf sont dissoutes dans le méthanol à des concentrations de 0,2 pour cent. Par la suite, les solutions sont filtrées à l'aide d'un tamis de 0,45 µm.

#### **3. IDENTIFICATION**

##### **3.1 Chromatographie en couche mince (CCM)**

##### **3.1.1 Préparation du solvant de développement**

- (a) Mélangez n-butanol:acétate d'éthyle:eau à raison de 50:10:40 (A), ou chloroforme:méthanol:eau à raison de 65:35:10 (B) dans une ampoule à décanter.
- (b) Agitez suffisamment l'ampoule à décanter et laissez reposer jusqu'à séparation complète du solvant.
- (c) Ne prélevez que la phase supérieure lorsque vous utilisez le solvant (A) comme solvant de développement et seulement la phase inférieure lorsque vous utilisez le solvant (B) et réservez les phases pour des utilisations ultérieures. Prélevez au-dessus (A) ou en-dessous (B) de la surface limite du solvant approprié lorsque chaque solvant est séparé et stocké pour augmenter la pureté du solvant de développement.

##### **3.1.2 Cuve de développement**

- (a) Utilisez une cuve de développement munie d'un couvercle (la cuve de développement est totalement scellée en appliquant de la glycérine, etc.).
- (b) Garnissez les côtés et la paroi arrière intérieure de la cuve de développement de papier filtre imprégné de solvant de développement.
- (c) Introduisez peu à peu le solvant de développement dans la cuve de développement (environ à mi-hauteur de la ligne de base de la plaque de chromatographie).
- (d) Placez le couvercle par dessus et laissez reposer jusqu'à ce que l'intérieur de la cuve de développement soit suffisamment saturé (30 minutes).

##### **3.1.3 Préparation de la CCM**

- (a) La plaque de chromatographie est découpée en morceaux de taille adaptée de plus de 10 cm de longueur et suffisamment larges pour recevoir le nombre d'échantillons nécessaires à l'identification des ginsénosides.
- (b) Placez la plaque dans un four de séchage propre et faites-la sécher à 110°C pendant 10-15 minutes avant de l'utiliser.
- (c) Dessinez un trait (ligne de base) à 1 cm du bord inférieur de la plaque de chromatographie et indiquez les points où seront déposés les différents échantillons. Ensuite, dessinez un trait (ligne de fin) à exactement 8 cm de la ligne de base.

##### **3.1.4 Identification CCM**

- (a) Des échantillons de 5-µl de références pour ginsénosides et les solutions d'échantillonnage préparées comme indiqué ci-dessus sont déposés tout en séchant à l'aide d'un séchoir. Chaque échantillon de 5-µl est déposé délicatement en le divisant en plusieurs gouttes sans détériorer la couche de silice sur la plaque de chromatographie et en effectuant plusieurs dépôts au même point.
- (b) Une fois le dépôt des échantillons terminé, sécher la plaque de chromatographie à l'aide d'un séchoir.
- (c) Placez la plaque de chromatographie dans la cuve de développement, la ligne de base de la plaque

vers le fond de la cuve, et développez les échantillons.

- (d) Lorsque le solvant de développement atteint la ligne de fin, la plaque de chromatographie est extraite et séchée à l'aide d'un séchoir.
- (e) Vaporiser équitablement sur la plaque de chromatographie une solution d'acide sulfurique à 10 pour cent.
- (f) Placez la plaque dans un séchoir à 110°C pendant 5-10 minutes pour la révélation.
- (g) Comparez les valeurs  $R_f$  ainsi que les couleurs des substances séparées de l'échantillon avec celles des références pour ginsénosides afin d'identifier les ginsénosides présents dans les produits à base de ginseng.

$$R_f = \frac{\text{distance parcourue par le soluté}}{\text{distance parcourue par le solvant}}$$

### 3.2 Chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP)

La solution d'échantillonnage préparée comme indiqué ci-dessus et les références pour ginsénosides sont analysées à l'aide de la chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP), dans les conditions décrites ci-dessous. Les ginsénosides présents dans les solutions d'échantillonnage peuvent être identifiés en comparant leurs temps de rétention avec les pics affichés par les ginsénosides des substances de référence.

<Conditions d'opération>

- (a) Colonne: Colonne ODS
  - (b) Détecteur: UV (203 nm) ou ELSD
  - (c) Éluant
    - UV: acétonitrile:eau (30:70, v/v)-
    - ELSD: acétonitrile:eau:isopropanol (94.9:5.0:0.1, v/v/v)
  - (d) Débit: 1,0 ml/minute~2,0 ml/minute
- ※ Les conditions d'analyse peuvent être adaptées aux conditions du laboratoire. Toutefois, les pics de  $R_{b1}$  et  $R_f$  dans le chromatogramme NE doivent PAS apparaître dans les cinq premières minutes NI dans les cinq dernières minutes du temps de rétention.

**Référence 1****Procédure opérationnelle permanente pour la détermination de la teneur en eau****1. CHAMP D'APPLICATION**

Cette méthode peut être utilisée pour l'analyse du ginseng séché et l'extrait de ginseng.

**2. PRINCIPES**

On considère que l'humidité est le seul composant volatile dans les aliments. Lorsque la pression de la vapeur d'eau dans les aliments augmente en raison du chauffage, celle environnante est inférieure à celle des aliments. Il est possible que l'humidité présente dans un échantillon d'aliment s'évapore complètement en la chauffant à 105°C sans que cela n'entraîne un quelconque changement chimique.

**3. ÉQUIPEMENTS ET APPAREILS**

3.1 Pèse-filtre avec couvercle

3.2 Baguette de verre (elle doit dépasser d'au moins 1,5 cm de la surface du sable de mer lorsqu'elle est plongée à un angle de 45° dans un pèse-filtre contenant 20 g de sable de mer.)

3.3 Four de séchage équipé d'un thermostat ( $\pm 1^\circ\text{C}$  contrôle de température).

3.4 Balance électronique (mesurant jusqu'à 0,1 mg).

3.5 Sable de mer (maille 20-35).

3.6 Dessiccateur (gel de silice).

3.7 Broyeur.

3.8 Pince.

**4. PRÉ-TRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS**

Dans le cadre de l'expérience, les échantillons de ginseng séché sont pulvérisés à l'aide d'un broyeur afin d'obtenir des particules d'environ 3 mm. L'extrait de ginseng est utilisé dans l'expérience tel quel.

**5. PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES - GINSENG SÉCHÉ ET EXTRAIT DE GINSENG (EN POUDRE)**

5.1 Faites sécher séparément un pèse-filtre et un couvercle dans un four à séchage à 105°C pendant cinq heures. Ensuite, placez le pèse-filtre fermé hermétiquement à l'aide du couvercle dans un dessiccateur, laissez-le reposer à température ambiante pendant 30 minutes puis pesez-le.

5.2 Renouvelez l'étape 5.1 de la procédure avec le pèse-filtre et le couvercle jusqu'à obtention d'un poids constant de ces derniers. Notez toutefois que le temps de séchage doit être de une à deux heures.

5.3 Pesez précisément environ 2 g de l'échantillon et placez-le dans le pèse-filtre dont vous connaissez le poids constant.

5.4 Séchez le pèse-filtre contenant l'échantillon dans un four de séchage à 105°C pendant trois heures. Le couvercle est légèrement entrouvert pour laisser sécher l'échantillon à l'intérieur du pèse-filtre.

5.5 Placez le pèse-filtre fermé hermétiquement à l'aide du couvercle dans un dessiccateur, laissez-le reposer à température ambiante pendant 30 minutes puis pesez-le.

5.6 Renouvelez les étapes 5.4 et 5.5 de la procédure jusqu'à obtention d'un poids constant du pèse-filtre contenant l'échantillon. Notez toutefois que le temps de séchage doit être de une à deux heures.

5.7 La teneur en eau est calculée comme suit:

$$\text{Teneur en eau de l'échantillon (\%)} = \frac{S-(W_1-W_0)}{S} \times 100 \quad \frac{W_2-W_1}{S} \times 100 \quad \frac{S-(W_1-W_0)}{S} \times 100$$

$W_0$ : Poids du pèse-filtre (g)

$W_1$ : Poids du pèse-filtre avec échantillon après séchage (g)

$S$ : Poids de l'échantillon (g)

**6. PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES - EXTRAIT DE GINSENG (SOUS FORME LIQUIDE)**

6.1 Séchez le pèse-filtre contenant 20 g de sable de mer et une baguette de verre dans un four de séchage à 105°C pendant cinq heures.

6.2 Une fois séché, placez le pèse-filtre dans un dessiccateur, laissez-le reposer à température ambiante

pendant 30 minutes puis pesez-le.

- 6.3** Renouvelez les étapes 6.1 et 6.2 de la procédure jusqu'à obtention d'un poids constant du pèse-filtre contenant le sel de mer et la baguette de verre. Notez toutefois que le temps de séchage doit être de une à deux heures.
- 6.4** Pesez précisément environ 1,5 g de l'échantillon et placez-le dans le pèse-filtre dont vous connaissez le poids constant. Ensuite, mélangez bien l'échantillon avec le sable de mer et étalez le mélange de manière égale sur la surface des parois du pèse-filtre à l'aide de la baguette de verre.
- 6.5** Les autres étapes d'analyses et de calculs sont identiques à celles décrites aux points 5.4 et 5.5 de la section 5 ci-dessus.

## Référence 2

### Procédure opérationnelle permanente pour la détermination de la teneur en cendres

#### 1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode peut être utilisée pour l'analyse d'échantillons de ginseng séché.

#### 2. PRINCIPES

Les échantillons sont recueillis dans un récipient pour analyser les cendres (creuset) et brûlés à 525-600°C afin d'éliminer les substances organiques. On considère que le poids minéral total du reliquat d'échantillon correspond à la teneur en cendres.

#### 3. ÉQUIPEMENTS ET APPAREILS

- 3.1 Creuset en porcelaine avec couvercle.
- 3.2 Plaque chauffante électrique.
- 3.3 Four électrique équipé d'un thermostat ( $\pm 1^\circ\text{C}$  contrôle de température).
- 3.4 Balance électronique (mesurant jusqu'à 0,1 mg).
- 3.5 Dessiccateur (gel de silice).
- 3.6 Broyeur.
- 3.7 Pince.

#### 4. PRÉ-TRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS

Dans le cadre de l'expérience, les échantillons de ginseng séché sont pulvérisés à l'aide d'un broyeur afin d'obtenir des particules d'environ 3 mm.

#### 5. PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

- 5.1 Faites chauffer un creuset en porcelaine propre dans un four électrique à 550°C pendant trois heures. Laissez-le reposer pendant une heure à température ambiante puis pesez-le.
- 5.2 Renouvelez l'étape 5.1 de la procédure jusqu'à obtention d'un poids constant. Notez toutefois que le temps d'incinération doit être de une à deux heures.
- 5.3 Pesez précisément environ 3 g de l'échantillon dans le creuset en porcelaine dont vous connaissez le poids constant.
- 5.4 Placez le creuset en porcelaine contenant l'échantillon dans un four électrique à 550°C et incinérez l'échantillon en chauffant le creuset muni de son couvercle jusqu'à la formation de cendres blanches ou d'un blanc-cendré éclatant.
- 5.5 Une fois l'incinération terminée, placez le creuset en porcelaine contenant l'échantillon dans un dessiccateur, laissez-le reposer à température ambiante pendant une heure puis pesez-le.
- 5.6 Renouvelez les étapes 5.4 et 5.5 de la procédure jusqu'à obtention d'un poids constant du creuset en porcelaine contenant l'échantillon. Notez toutefois que le temps d'incinération doit être de une à deux heures.
- 5.7 La teneur en cendres est calculée comme suit:

$$\text{Teneur en cendres de l'échantillon (\%)} = \frac{S \cdot (W_1 - W_0)}{S} \times 100 + \frac{W_2 - W_1}{S} \times 100$$

$W_1$ : Poids du creuset en porcelaine avant incinération (g)

$W_2$ : Poids du creuset en porcelaine après incinération (g)

S: Poids de l'échantillon (g)