

PN INTE/ISO 7543-1:201X CP

Chile y oleorresinas de Chile.

Determinación del contenido total de capsaicinoides.

Parte 1: Método espectrométrico.

Correspondencia: Esta norma nacional es idéntica (IDT) a la norma internacional ISO 7543-1:1994 (Confirmed 2015) "Chillies and chilli oleoresins — Determination of total capsaicinoid content — Part 1: Spectrometric method"

INTECO

 |

PROYECTO DE NORMA EN CONSULTA PÚBLICA

Alimentos y Agricultura

Miembros de



Fecha: 201X-XX-XX
Primera Edición
Secretaría: INTECO
Editada e impresa por ©INTECO
Derechos reservados
ICS 67.220.10

La presente norma técnica pertenece a INTECO en virtud de los instrumentos nacionales e internacionales, y por criterios de la Organización Mundial de la Propiedad Intelectual (OMPI). Salvo por autorización expresa y escrita por parte de INTECO, no podrá reproducirse ni utilizarse ninguna parte de esta publicación bajo ninguna forma y por ningún procedimiento, electrónico o mecánico, fotocopias y microfilms inclusive, o cualquier sistema futuro para reproducir documentos. Todo irrespeto a los derechos de autor será denunciado ante las autoridades respectivas. Las solicitudes deben ser enviadas a la Dirección de Normalización de INTECO. Las observaciones a este documento diríjelas a: (506) 2283 4522 / info@inteco.org

CONTENIDO	PÁGINA
1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN	4
2 NORMAS PARA CONSULTA	4
3 PRINCIPIO	4
4 REACTIVOS	4
5 EQUIPOS	5
6 MUESTREO	5
7 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA ANÁLISIS	6
8 PROCEDIMIENTO	6
9 CÁLCULOS	8
10 INFORME DEL ANÁLISIS	9
11 CORRESPONDENCIA	9



PROYECTO DE NORMA EN CONSULTA PÚBLICA

PRÓLOGO

El Instituto de Normas Técnicas de Costa Rica, INTECO, es el Ente Nacional de Normalización, según la Ley N° 8279 del año 2002. Organización de carácter privado, sin ánimo de lucro, cuya Misión es “desarrollar la normalización del país con el soporte de los servicios de evaluación de la conformidad y productos relacionados a nivel nacional e internacional, con un equipo humano competente, con credibilidad e independencia”. Colabora con el sector gubernamental y apoya al sector privado del país, para lograr ventajas competitivas en los mercados interno y externo.

La representación de todos los sectores involucrados en el proceso de Normalización Técnica está garantizada por los Comités Técnicos y el periodo de Consulta Pública, este último caracterizado por la participación del público en general.

Esta norma ha sido desarrollada en cumplimiento de los requisitos de nivel 1 y nivel 2 del Standards Council of Canada (SCC).

Esta norma INTE (Letra)XXX:20XX fue aprobada por INTECO en la fecha del 201X-XX-XX.

Esta norma está sujeta a ser actualizada permanentemente con el objeto de que responda en todo momento a las necesidades y exigencias actuales.

A continuación, se mencionan las organizaciones que colaboraron en el estudio de esta norma a través de su participación en el Comité Técnico CTN XX SC XX GT XX, Nombre del órgano de estudio.

Participante	Organización
Nombre Completo (con los dos apellidos)	Nombre Completo de la Organización (SIGLAS, ACRONIMOS O ABREVIATURA)
XXXXXX	XXXXXXXX
XXXXXX	XXXXXXXX
XXXXXX	XXXXXX
XXXXXX	XXXXXX
XXXXXX	XXXXXX

Chile y oleorresinas de chile. Determinación del contenido total de capsaicinoides. Parte 1: Método espectrométrico.

1 OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta parte de la Norma INTE/ISO 7543 especifica un método para la determinación del contenido total de capsaicinoides para chiles enteros o en polvo (usualmente *Capsicum frutescens* L.) y sus oleorresinas, mediante un método espectrométrico.

Este método de análisis requiere la decoloración por carbón negro. En algunos casos esta decoloración no se puede lograr en las condiciones experimentales descritas. En esos casos es necesario utilizar el método para la determinación de capsaicinoides por cromatografía líquida de alta resolución, descrito en la Norma INTE/ISO 7543-2.¹⁾

2 NORMAS PARA CONSULTA

Las siguientes normas contienen disposiciones que, al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta norma. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos con base a ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones recientes de las normas citadas seguidamente.

INTE/ISO 2825, *Espicias y condimentos. Preparación de una muestra molida para análisis.*

3 PRINCIPIO

Determinación de la absorción de una solución metanólica de los extractos de chiles u oleorresinas de chile a longitudes de onda de 248 nm y 296 nm.

3.1 Chiles en polvo

Extracción con tetrahidrofurano y posterior determinación de capsaicinoides por espectrometría, de acuerdo con el método descrito en esta parte de la Norma INTE/ISO 7543.

3.2 Chiles enteros

Preparación mediante la molienda de la muestra, con posterior extracción con tetrahidrofurano, seguida de la determinación de capsaicinoides por espectrometría, de acuerdo con el método descrito en esta parte de la Norma INTE/ISO 7543.

3.3 Oleorresinas de chile

Dilución de las oleorresinas en metanol y determinación de capsaicinoides por espectrometría, de acuerdo con el método descrito en esta parte de la Norma INTE/ISO 7543.

4 REACTIVOS

Se utilizan únicamente reactivos de grado analítico reconocido, a menos que se especifique lo contrario, y agua destilada o de pureza equivalente.

1) INTE/ISO 7543-2, *Chile y oleorresinas de chile. Determinación del contenido total de capsaicinoides. Parte 2: Método utilizando cromatografía líquida de alta resolución.*

- 4.1 Carbón negro (carbón activado)**, para análisis.
- 4.2 Metanol**, grado espectrométrico.
- 4.3 Solución de metanol**, obtenido mezclando 70 partes por volumen de metanol (ver apartado 4.2) con 30 partes por volumen de agua.
- 4.4 Solución de ácido clorhídrico**, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$.
- 4.5 Solución de hidróxido de sodio**, preparado recientemente, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.
- 4.6 Tetrahidrofurano**, destilado recientemente o de grado espectrométrico.

5 EQUIPOS

Equipo habitual de laboratorio y en particular lo siguiente.

- 5.1 Matraces aforados**, de 25 ml, 100 ml y 250 ml de capacidad.
- 5.2 Espectrómetro**, de haz sencillo o doble, adecuado para mediciones de absorción a longitudes de onda entre 220 nm y 370 nm, y adaptado a cubetas de cuarzo de 1 cm de paso óptico.
- 5.3 Agitador magnético**
- 5.4 Membrana de filtración**, con tamaño de abertura de 0,45 μm .
- 5.5 Equipo de extracción continua**, tipo Soxhlet, con un matraz de fondo plano de 250 ml de capacidad y cuello esmerilado.
- 5.6 Rotavapor**
- 5.7 Baño de agua** (baño maría)
- 5.8 Tamiz de ensayo**, con tamaño de abertura de 500 μm .
- 5.9 Balanza analítica**, capaz de medir con una precisión de $\pm 0,0001 \text{ g}$.

6 MUESTREO

Es importante que la muestra que reciba el laboratorio sea verdaderamente representativa y que no ha sido dañada o alterada durante el transporte o almacenamiento.

El muestreo no es parte del método especificado en esta norma. Un método de muestreo recomendado se muestra en la Norma INTE/ISO 948²⁾.

2) INTE/ISO 948, *Espicias y condimentos. Toma de muestras.*

7 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA ANÁLISIS

7.1 Chiles en polvo

7.1.1 Se verifica que todo el polvo pasa a través del tamiz de 500 μm (ver apartado 5.8). Si no es el caso, se muele el polvo de acuerdo con la Norma INTE/ISO 2825 hasta que se obtiene el tamaño de partícula requerido, posteriormente se homogeniza.

7.1.2 Se pesan, con una aproximación de 0,01 g, unos 10 g de polvo homogenizado (ver apartado 7.1.1), y se transfieren cuantitativamente al equipo de extracción continua (ver apartado 5.5).

7.1.3 Se extrae durante 8 h usando 100 ml de tetrahidrofurano (ver apartado 4.6).

Se evapora el solvente al máximo posible en el rotavapor (ver apartado 5.6) bajo presión reducida en un matraz de fondo redondo de 250 ml en el baño de agua (ver apartado 5.7).

7.2 Chiles enteros

7.2.1 Las chiles se muelen de acuerdo con la Norma INTE/ISO 2825 hasta que el polvo obtenido pase completamente a través del tamiz de 500 μm (ver apartado 5.8). El polvo se homogeniza después de ser tamizado.

7.2.2 Se pesan, con una aproximación de 0,01 g unos 10 g de polvo homogenizado (ver apartado 7.2.1), y se transfieren cuantitativamente al equipo de extracción continua (ver apartado 5.5).

7.2.3 Se extrae durante 8 h usando 100 ml de tetrahidrofurano (ver apartado 4.6).

Se evapora el solvente al máximo posible en el rotavapor (ver apartado 5.6) bajo presión reducida en un matraz de fondo redondo de 250 ml en el baño de agua (ver apartado 5.7).

7.3 Oleoresina de chile

7.3.1 Se homogeniza la oleoresina completamente.

7.3.2 Se pesan, con una aproximación 0,000 1 g, de 0,5 g a 1 g de la oleoresina homogenizada (ver apartado 7.3.1) en un matraz aforado de 250 ml (ver apartado 5.1) con tapón de vidrio esmerilado.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Preparación de soluciones para análisis

8.1.1 Chiles enteros o en polvo

Al extracto obtenido en el apartado 7.1.3 o en el apartado 7.2.3 se añaden de 0,05 g a 0,1 g de carbón negro (ver apartado 4.1) para mantener una relación en el orden de 10 entre el extracto y el carbón negro.

Se añaden aproximadamente 90 ml de solución de metanol (ver apartado 4.3).

Se agita con el agitador magnético (ver apartado 5.3) durante 30 min. Se deja reposar la solución durante 5 min. Se filtra a través de un filtro membrana (ver apartado 5.4) en un matraz aforado de 100 ml (ver apartado 5.1). Se afora con la solución de metanol (ver apartado 4.3).

El filtrado debe ser transparente. La experiencia ha demostrado que una coloración amarilla pálida no afecta la determinación.

8.1.2 Oleorresinas de chiles

Se añaden de 0,05 g a 0,1 g de carbón negro (ver apartado 4.1) a la porción para análisis (ver apartado 7.3.2) para mantener una relación en el orden de 10 entre la oleorresina y el carbón negro.

Se añaden aproximadamente 90 ml de solución de metanol (ver apartado 4.3).

Se agita con el agitador magnético (ver apartado 5.3) durante 30 min. Se deja reposar la solución durante 5 min. Se filtra a través de un filtro membrana (ver apartado 5.4) en un matraz aforado de 100 ml (ver apartado 5.1). Se afora con la solución de metanol (ver apartado 4.3).

El filtrado debe ser transparente. La experiencia ha demostrado que una coloración amarilla pálida no afecta la determinación.

8.2 Preparación de diluciones para medición espectrométrica

8.2.1 Se transfiere lo siguiente a un matraz aforado de 25 ml (ver apartado 5.1):

- 3 ml de agua,
- 2 ml de ácido clorhídrico (ver apartado 4.4).

Se afora con metanol (ver apartado 4.2).

Esta solución es el “blanco de solución ácida” (A).

8.2.2 Se transfiere lo siguiente a un matraz aforado de 25 ml (ver apartado 5.1);

- 3 ml de agua,
- 2 ml de solución hidróxido de sodio (ver apartado 4.5).

Se afora con metanol (ver apartado 4.2).

Esta solución es el “blanco de solución alcalina” (B).

8.2.3 Se toman tres matraces aforados de 25 ml (ver apartado 5.1) y se marcan como **a1**, **a2** y **a3** respectivamente. A cada matraz se transfiere:

- 1 ml del filtrado obtenido según el apartado 8.1.1 u 8.1.2,
- 2,7 ml de agua,
- 2 ml de ácido clorhídrico (ver apartado 4.4).

Se afora cada matraz con metanol (ver apartado 4.2).

8.2.4 Se toman tres matraces aforados de 25 ml (ver apartado 5.1) y se marcan como **b1**, **b2** y **b3** respectivamente. A cada matraz se transfiere:

- 1 ml del filtrado obtenido según el apartado 8.1.1 u 8.1.2,
- 2,7 ml de agua,

INTECO



- 2 ml de solución hidróxido de sodio (ver apartado 4.5).

Se afora cada matraz con metanol (4.2).

8.3 Mediciones espectrométricas

8.3.1 Para un espectrómetro de doble haz

Se ajusta el cero y el 100 % de absorción con solución de metanol (ver apartado 4.3).

Se miden las absorbancias del blanco a longitudes de onda de 248 nm y 296 nm, colocando primero el blanco de solución alcalina (**B**) en la celda de medida y el blanco de solución ácida (**A**) en la celda de referencia.

Se miden las absorbancias de cada solución de análisis a longitudes de onda de 248 nm y 296 nm, colocando la solución del matraz **b1** en la celda de medición y la solución del matraz **a1** en la celda de referencia. Posteriormente se miden las absorbancias con las soluciones de los matraces **b2** y **a2** y de los matraces **b3** y **a3** respectivamente.

8.3.2 Para un espectrómetro de haz sencillo

Se ajusta el cero y el 100 % de absorción con solución de metanol (ver apartado 4.3).

Se reajusta el cero del equipo colocando la solución **B** en la celda de medición y posteriormente se miden las absorbancias de las soluciones de los matraces **a1**, **a2** y **a3** respectivamente, a longitudes de onda de 248 nm y 296 nm.

Posteriormente se miden las absorbancias a longitudes de onda de 248 nm y 296 nm colocando la solución **A** en la celda de medición y después las soluciones de los matraces **b1**, **b2** y **b3** respectivamente.

9 CÁLCULOS

9.1 El contenido de capsaicinoides totales, w_{248} , se calcula como el porcentaje en masa a una longitud de onda de 248 nm, utilizando la siguiente fórmula:

$$w_{248} = \frac{(A_s - A_b) \times d}{314 \times m}$$

donde:

A_s es la absorbancia de la solución de muestra;

A_b es la absorbancia de la solución blanco;

d es el factor de dilución (igual a 25×100 bajo las condiciones de operación descritas en esta parte de la Norma INTE/ISO 7543);

m es la masa en gramos de la porción para análisis.

Se lleva a cabo una dilución adicional cuando la absorbancia es mayor a 0,8.

9.2 El contenido de capsaicinoides totales, w_{296} , se calcula como el porcentaje en masa a una longitud de onda de 296 nm, utilizando la siguiente fórmula:

$$w_{296} = \frac{(A'_s - A'_b) \times d}{127 \times m}$$

donde

A'_s es la absorbancia de la solución de muestra;

A'_b es la absorbancia de la solución blanco;

d es el factor de dilución (igual a 25×100 bajo las condiciones de operación descritas en esta parte de la Norma INTE/ISO 7543);

m es la masa en gramos de la porción para análisis.

Se lleva a cabo una dilución adicional cuando la absorbancia es mayor a 0,8.

9.3 La diferencia entre los resultados de las medidas obtenidas a las longitudes de onda de 248 nm y 296 nm no deben ser mayores al 10 %.

Si este es el caso se repite el análisis.

10 INFORME DEL ANÁLISIS

El informe del análisis debe especificar

- el método de acuerdo con el cual se realizó el muestreo, si se conoce,
- el método usado,
- los resultados obtenidos,
- si la repetibilidad no ha sido evaluada, el resultado final obtenido.

También debe mencionar todo detalle operativo no especificado en esta parte de la Norma INTE/ISO 7543 o considerado como opcional, así como detalles sobre cualquier incidente que haya podido afectar a los resultados del análisis.

El informe del análisis debe incluir toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra.

11 CORRESPONDENCIA

Esta norma nacional es idéntica (IDT) a la norma internacional ISO 7543-1:1994 (Confirmed 2015) "Chillies and chilli oleoresins — Determination of total capsaicinoid content — Part 1: Spectrometric method"