

NMX-Y-192-SCFI-2003

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO - INGREDIENTES
DE ALIMENTOS BALANCEADOS PARA ANIMALES - VITAMINA
B1 (TIAMINA) MONONITRATO - ESPECIFICACIONES Y
MÉTODOS DE PRUEBA**

**PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE - BALANCED FEED
INGREDIENTS FOR ANIMALS - VITAMIN B1 (THIAMINE)
MONONITRATE - SPECIFICATIONS AND TEST METHOD**

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ADISSEO DE MÉXICO, S.A. DE C.V.
- ASOCIACIÓN NACIONAL DE FABRICANTES DE ALIMENTOS PECUARIOS BALANCEADOS, A.C.
- BASF MEXICANA, S.A. de C.V.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACIÓN
Sección 49, Fabricantes de Alimentos Balanceados para Animales.
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE ALIMENTOS PARA ANIMALES
- DEGUSSA MÉXICO, S.A. de C.V.
- HELM DE MÉXICO, S.A.
- NUTEK, S.A. de C.V.
- ROCHE VITAMINAS MÉXICO, S.A. DE C.V.

NMX-Y-192-SCFI-2003**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO - INGREDIENTES
DE ALIMENTOS BALANCEADOS PARA ANIMALES - VITAMINA
B1 (TIAMINA) MONONITRATO - ESPECIFICACIONES Y
MÉTODOS DE PRUEBA****PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE - BALANCED FEED
INGREDIENTS FOR ANIMALS - VITAMIN B1 (THIAMINE)
MONONITRATE - SPECIFICATIONS AND TEST METHOD****1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN**

Esta norma mexicana establece las características y métodos de análisis de la vitamina B1 tiamina mononitrato, para ser utilizada como ingrediente en alimentos balanceados para animales.

2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma se debe consultar la siguiente norma oficial mexicana y norma mexicana vigente o las que las sustituyan:

- | | |
|---------------------|---|
| NOM-012-ZOO-1993 | Especificaciones para la regulación de productos químicos, farmacéuticos, biológicos y alimenticios para uso en animales o consumo por éstos, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de enero de 1995. |
| NMX-Y-111-SCFI-2001 | Alimentos para animales - Muestreo de alimentos balanceados e ingredientes mayores para animales. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 18 de julio de 2001. |

3 DEFINICIÓN

La vitamina B1 (Tiamina) mononitrato es un compuesto orgánico definido químicamente con la siguiente fórmula empírica, $C_{12} H_{17} N_5 O_4 S$ con peso molecular de 327,36 g/mol.

4 CLASIFICACIÓN

El mononitrato de tiamina se prepara sintéticamente mediante la reacción de 4-amino-5-aminometilén-2-metil-pirimidina con bisulfuro de carbono y una subsecuente condensación con el acetato de 3-cloro-1-hidroxipentan-4-ona al compuesto cetoditiocarbamato, y una reacción de cerradura de anillo mediante la saponificación del grupo éster, su oxidación y formación de la sal con ácido nítrico para obtener mononitrato de tiamina.

1 UI = 2,92 microgramos de mononitrato de tiamina

5 ESPECIFICACIONES

La vitamina B1 mononitrato en los productos comerciales debe cumplir con las especificaciones y características que se establecen en la tabla 1.

TABLA 1.- Especificaciones y características de la vitamina B1

ESPECIFICACIONES	CARACTERÍSTICAS
Contenido activo según especifique el producto comercial	Mín. 98 %
Olor	Característico del producto
Color	Blanco cristalino hasta blanco cremoso
Aspecto o presentación	Polvo fino granular o cristalino
Solubilidad	Soluble en agua (>20°C) Soluble en etanol y metanol
Peso específico	0,3 g/cm ³ – 0,52 g/cm ³
Pérdida por secado a 105°C / 2 h	Máximo 1 %
Tamaño de partícula / granulometría	99 % < 0,5 mm o Mín. 90 % - A través de malla No. 80 Máx. 60 %- A través de malla No. 270 ó Mín. 90 % < 180 μ Máx.60 % < 45 μ

6 MUESTREO

El muestreo se debe basar en la norma oficial mexicana NOM-012-ZOO y en la norma mexicana NMX-Y-111-SCFI (ver 2 Referencias).

7 MÉTODOS DE PRUEBA

Para la comprobación de las especificaciones que se establecen en esta norma, se deben aplicar los siguientes métodos, mismos que son alternativos:

7.1 Determinación de vitamina B1 por volumetría

7.1.1 Principio y fundamento

Cuantificar la vitamina B1 mononitrato en presentaciones comerciales por volumetría con ácido perclórico en medio anhidro.

7.1.2 Alcance

Aplicable a materiales puros con concentraciones de vitamina B1 Mononitrato del 98 %.

7.1.3 Material y equipo

- Balanza analítica con sensibilidad de 0,1 mg;
- Potenciómetro;
- Agitador magnético, y
- Bureta de 50 ml.

7.1.4 Reactivos

- Ácido fórmico anhidro;
- Anhídrido acético, y
- Ácido perclórico 0,1 N.

7.1.5 Preparación de la muestra y procedimiento

Pesar aproximadamente 130 mg de muestra y diluirla en 5 ml de ácido fórmico (100 %); adicionar 50 ml de anhídrido acético. Efectuar la titulación con ácido perclórico 0,1 N, determinando el punto final potenciométricamente.

7.1.6 Cálculos

La concentración de vitamina B1 se cuantifica mediante la siguiente equivalencia:

1 ml ácido perclórico 0,1 N = 16,37 mg de mononitrato de tiamina.

7.2 Determinación de contenido de tiamina pura por HPLC

7.2.1 Alcance

El método es aplicable para determinaciones mayores de 50 % de tiamina pura en vitamina B1 mononitrato y vitamina B1 clorhidrato.

7.2.2 Principio

La solución de la vitamina es sometida al HPLC en una columna C-18 con detector a 280 nm. La tiamina contenida es cuantificada por comparación con una solución estándar tratada similarmente.

7.2.3 Tiempo requerido

Asignar 2,0 h para preparar y extraer las soluciones de muestra y estándar. Asignar 2,0 h para el HPLC para una muestra por duplicado. Asignar 1,5 h para cada muestra adicional por duplicado.

7.2.4 Reactivos y materiales

- Sal de sodio del ácido 1-heptanosulfónico grado HPLC;
- EDTA grado p.a.;
- Trietilamina grado p.a.;
- Acido acético glacial grado p.a.;
- Metanol grado HPLC;
- Tiamina mononitrato o clorhidrato estándar de referencia;
- Agua grado HPLC;
- Matraces volumétricos de 100 ml y 2000 ml;
- Pipetas volumétricas de 5 ml, 20 ml y 100 ml;
- Probeta de 250 ml;
- Embudos de vidrio;
- Viales para HPLC;
- Kit de clarificación de solventes para HPLC y kit de filtración de muestras para HPLC;
- Jeringa de 50 ó 100 microlitros, y
- Loop de 50 microlitros.

7.2.5 Instrumentos y equipos

- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg;
- Sistema HPLC con detector de Arreglo de Diodos o UV/VIS a 280 nm;
- Columna HPLC C-18 de 5 micras, 10 cm x 8,0 mm o equivalente;
- Baño ultrasónico;
- Bomba de vacío, y
- Potenciómetro.

7.2.6 Seguridad

La trietilamina es flamable: manejar lejos de fuentes de calor, usar sólo en espacios ventilados bajo campana de extracción. Evitar contacto con la piel y los ojos.

El ácido acético glacial puede causar severas quemaduras y es flamable, usar sólo en espacios ventilados con campana de extracción, usar guantes y gafas de seguridad.

El metanol es flamable y tóxico. No inhalar vapores y evitar contacto con la piel.

7.2.7 Condiciones HPLC

- Detección: Arreglo de Diodos o UV-VIS a 280 nm;
- Velocidad de flujo: 1,0 ml/min;
- Volumen de inyección: 50 microlitros;
- Número de inyecciones: 4, y
- Tiempo de corrida: 10 min.

7.2.8 Descripción de la actividad

7.2.8.1 Preparación de la fase móvil

7.2.8.1.1 A un matraz volumétrico de 2 000 ml adicionar 2,20 g de la sal de sodio del ácido 1-heptano sulfónico, 0,1 g de EDTA y 1 200 ml de agua grado HPLC.

7.2.8.1.2 Pipetear 20 ml de trietilamina en la solución anterior.

7.2.8.1.3 Adicionar 90 ml, de ácido acético glacial para ajustar a un pH de $3,60 \pm 0,05$ (medidos con pipetas volumétricas de 50 ml y 20 ml).

7.2.8.1.4 Adicionar 250 ml de metanol grado HPLC, medidos con probeta y aforar con agua grado HPLC.

- 7.2.8.1.5 Filtrar la solución para HPLC y degasificar.
- 7.2.8.2 Preparación del estándar y muestra (La muestra se prepara por duplicado) (Dar el mismo tratamiento para estándar y muestra).
- 7.2.8.2.1 En un papel encerado pesar analíticamente 0,200 g de estándar de referencia.
- 7.2.8.2.2 Transferir cuantitativamente a través de un embudo a un matraz volumétrico ámbar de 100 ml completando el volúmen con fase móvil.
- 7.2.8.2.3 Sonificar por 15 min en baño ultrasónico.
- 7.2.8.2.4 Tomar 5 ml con pipeta volumétrica de la solución anterior y depositar en un matraz volumétrico de 100 ml color ámbar, aforar con fase móvil y mezclar.
- 7.2.8.2.5 Filtrar para HPLC la solución y depositar en un vial, inyectar 2 veces en el sistema HPLC.
- 7.2.9 Cálculos

$$\% \text{ de Tiamina} = \frac{Aa / Wa \times P}{As / Ws}$$

dónde:

Aa es el área del pico de la muestra;
 As es el área del pico del estándar;
 Wa es el peso de la muestra en gramos;
 Ws es el peso del estándar en gramos, y
 P es la pureza del estándar (en %).

8 ESTABILIDAD

La que garantice el fabricante en la etiqueta.

9 MARCADO, ETIQUETADO, ENVASE, EMPAQUE Y EMBALAJE

El producto objeto de la aplicación de esta norma debe cumplir con lo establecido en la norma oficial mexicana NOM-ZOO-012 (ver 2 Referencias).

10 ALMACENAMIENTO

Debe ser en lugares frescos, secos y protegidos de la luz.

11 BIBLIOGRAFÍA

NOM-008-SCFI-2002 Sistema general de unidades de medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.

BASF Corporation, Standar Technical Instructions, método No. 6245.

Farmacopea Europea

12 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

México D.F., a

**MIGUEL AGUILAR ROMO.
DIRECTOR GENERAL.**

AVA/AFO/DLR/MRG.