

NMX-Y-325-SCFI-2000

CANCELA A LA
NMX-Y-325-1995-SCFI



SECRETARIA DE
COMERCIO Y
FOMENTO INDUSTRIAL
DGN

ALIMENTOS PARA ANIMALES - DETERMINACIÓN CUALITATIVA DE SUDÁN IV EN ALIMENTOS Y YEMAS DE HUEVO - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-Y-325- 1995-SCFI)

ANIMAL FEEDS - SUDAN IV QUALITATIVE DETERMINATION IN FEED AND EGG YOLK - TEST METHOD

0 INTRODUCCIÓN

La presente norma se elabora para contar con un método que, en forma eficiente, determine la presencia de contaminación con el colorante denominado Sudán IV en alimentos para animales y en yemas de huevos, el cual está prohibido para ser usado en estos productos de acuerdo a lo previsto en el Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios, en su artículo 49. Asimismo, todos los alimentos para consumo animal deben cumplir con lo establecido en la norma oficial mexicana NOM-061-ZOO (ver 2 Referencias).

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método analítico para detectar cualitativamente la presencia de Sudán IV en alimentos para animales y en yemas de huevo de aves de postura.

2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma se deben consultar la siguiente norma oficial mexicana y normas mexicanas vigentes o las que las sustituyan:



SECRETARIA DE
COMERCIO Y
FOMENTO INDUSTRIAL

NOM-061-ZOO-1999	Especificaciones zoosanitarias de los productos alimenticios para consumo animal, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 10 de agosto de 1999.
NMX-B-231-1990	Cribas para la clasificación de materiales granulares. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 9 de enero de 1991.
NMX-Y-111-1976	Muestreo de alimentos balanceados e ingredientes mayores para animales. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 4 de octubre de 1976.

3 PRINCIPIO O FUNDAMENTO

El método se basa en la determinación por cromatografía de líquidos de alta resolución (CLAR) del Sudán IV presente en la muestra.

4 REACTIVOS Y MATERIALES

4.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser de grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

- Cloroformo;
- N - Hexano de alta pureza, destilado sobre hidróxido de potasio;
- Sudán IV;
- Solución patrón de Sudán IV – Preparar una solución con 25 mg de Sudán IV en un matraz volumétrico de 100 ml, disolver y aforar con cloroformo CLAR. Transferir volumétricamente 1 ml de la solución anterior en un matraz volumétrico de 10 ml, evaporar a sequedad en atmósfera de nitrógeno, redisuelva y afora con hexano CLAR, y
- Fase móvil para CLAR, hexano - acetona (99:1).

4.2 Materiales

- Malla 40, de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana NMX-B-231 (ver 2 Referencias);



SECRETARIA DE
COMERCIO Y
FOMENTO INDUSTRIAL

- Material de cristalería de laboratorio;
- Membranas de filtración 0,45 μm ;
- Molino, y
- Papel filtro para filtración rápida.

5 EQUIPO

- Cromatógrafo de líquidos de alta resolución. Columna analítica (se recomienda la empacada con sílica 60 μm de 250 mm de largo por 4 mm de diámetro interno), detector (luz visible) a una longitud de onda de señal de 510 nm;
- Balanza analítica con exactitud de 0,1 g, y
- Mezclador.

6 MUESTREO

Para efectuar el muestreo de los productos a analizar (alimentos para animales y yemas de huevo) debe seguirse el método establecido en la norma mexicana NMX-Y-111 (ver 2 Referencias).

7 PREPARACIÓN Y ACONDICIONAMIENTO DE LA MUESTRA

7.1 Alimento para animales

- a) Moler la muestra de modo que llegue a pasar el 100 % a través de una malla 40.
- b) Del producto cernido en malla 40, tomar 10 g, determinando su masa en la balanza analítica.
- c) Colocar la muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 cm^3 , adicionar de 50 cm^3 a 100 cm^3 de cloroformo. Tapar, agitar moderadamente. Dejar reposar hasta que la capa de solvente se vea clara (aproximadamente 12 h de reposo).
- d) Filtrar con papel de filtración rápida.



SECRETARIA DE
COMERCIO Y
FOMENTO INDUSTRIAL

- e) Evaporar en atmósfera de nitrógeno hasta un volumen de 5 ml - 10 ml.
- f) Redisolver el extracto en 5 ml de fase móvil, filtrar con una membrana de 0,45 μm e inyectar de 20 μl - 25 μl al cromatógrafo de líquidos previamente acondicionado.

7.2 Yemas de huevo

- a) Tomar de la muestra 4 huevos, separar las yemas con ayuda de un separador especial para yemas. Las yemas se juntan y se mezclan perfectamente con ayuda de un agitador.
- b) En un matraz Erlenmeyer de 250 ml pesar en una balanza analítica 50 g de la muestra homogeneizada de yemas. Añadir 150 ml de cloroformo (hacerlo en pequeñas porciones de 10 ml - 20 ml agitando entre cada adición), tapar el matraz con tapón de caucho y agitar moderadamente hasta mezclar todo el contenido del matraz (usar equipo de seguridad y tener cuidado con la presión originada durante la agitación), dejar en reposo y en ausencia de luz durante 12 h (toda la noche).
- c) Filtrar la solución con papel filtro. Lavar la parte emulsificada con tres porciones de cloroformo de 10 ml cada una, reunir los lavados con el filtrado original.
- d) Filtrar con papel de filtración rápida. Evaporar en atmósfera de nitrógeno hasta un volumen de 5 ml - 10 ml. Tomar una porción de 3 g a 4 g y redisolver el extracto en 5 ml de fase móvil, filtrar con una membrana de 0,45 μm e inyectar de 20 μl -25 μl al cromatógrafo de líquidos previamente acondicionado.

8 PROCEDIMIENTO

8.1 Acondicionamiento del cromatógrafo de líquidos

- 8.1.1 El cromatógrafo debe tener instalada la columna analítica, y usar el detector de luz visible a una longitud de onda de señal a 510 nm.



SECRETARIA DE
COMERCIO Y
FOMENTO INDUSTRIAL

- 8.1.2 Coloque el hexano y acetona filtrados y desgasificados en las líneas de solventes del cromatógrafo de líquidos.
- 8.1.3 Acondicionar el equipo durante 15 min con la fase móvil 99:1 (hexano:acetona) a un flujo de 1,5 ml/min.
- 8.1.4 Seleccionar y cargar el método, verificar la siguiente programación:

Tiempo	Flujo	% Hexano	% Acetona	Detector
0 min	1,5 ml/min	99	1	510 nm
20 min	1,5 ml/min	99	1	

NOTA.- Verificar en el equipo el límite mínimo de detección de sudán IV con un estándar de 1 mg/l (20 ng).

8.2 Balanceo de referencia

De la solución patrón de Sudán IV (ver inciso 4.1) tomar una alícuota de 5 ml, filtrar con membrana de 0,45 µm. Inyectar en la columna de cromatografía un volumen de 20 µl - 25 µl. El tiempo de retención debe ser de 8 min a 15 min.

8.3 Espécimen de prueba

Inyectar la solución de muestra (ver incisos 7.1 y 7.2), desarrollar hasta 20 min.

9 EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Si las muestras del alimento para animales o las yemas de los huevos presentan picos en el cromatograma, en los mismos tiempos de retención que la solución patrón de Sudán IV, se procede a confirmar la presencia de Sudán en el extracto de muestra.



SECRETARIA DE
COMERCIO Y
FOMENTO INDUSTRIAL

Para lo anterior se hace una mezcla de 1:1 del extracto y de la solución de referencia; se inyecta al cromatógrafo y se espera la señal que corresponde a la mezcla en el tiempo de retención del Sudán.

Si se observa que aparece una sola señal. El resultado se expresa como muestra contaminada.

10 INFORME DE LA PRUEBA

El informe de la prueba debe contener los siguientes datos:

- Identificación completa de la muestra;
- Resultado de la prueba (ausencia o presencia de Sudán o muestra contaminada en el alimento para animales o yemas de huevo);
- Observaciones durante el análisis;
- Fecha de prueba, y
- Nombre del analista.

11 BIBLIOGRAFÍA

Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios, publicado en Diario Oficial de la Federación el 1 de enero de 1988.

NOM-008-SCFI-1993 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre de 1993.

A.O.A.C. Association of official Analytical Chemistry. 1990 methods 970.64 y 958.05

Analytical Methods for Vitamins and Carotenoids in Feed. Roche 1988.

Index Merck 1983 IV Características Físicas y Químicas.



SECRETARIA DE
COMERCIO Y
FOMENTO INDUSTRIAL

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
LA DIRECTORA GENERAL DE NORMAS.

CARMEN QUINTANILLA MADERO.

NMX-Y-325-SCFI-2000

**ALIMENTOS PARA ANIMALES - DETERMINACIÓN
CUALITATIVA DE SUDÁN IV EN ALIMENTOS Y YEMAS DE
HUEVO - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-Y-325-
1995-SCFI)**

**ANIMAL FEEDS - SUDAN IV QUALITATIVE DETERMINATION IN
FEED AND EGG YOLK - TEST METHOD**



SECRETARIA DE
COMERCIO Y
FOMENTO INDUSTRIAL
DGN

P R E F A C I O

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

- ASOCIACIÓN AMERICANA DE SOYA, A.C.

- ASOCIACIÓN NACIONAL DE FABRICANTES DE ALIMENTOS PECUARIOS BALANCEADOS, A.C.

- BASF MEXICANA, S.A.

- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACIÓN
Sección de Fabricantes de Alimentos Balanceados.

- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE ALIMENTOS PARA ANIMALES
Subcomité de Granos.

- MALTA TEXO DE MÉXICO, S.A. DE C.V.

- UNIÓN NACIONAL DE AVICULTORES

NMX-Y-325-SCFI-2000



SECRETARIA DE
COMERCIO Y
FOMENTO INDUSTRIAL
DGN