

NMX-Y-340-SCFI-2008

**ALIMENTOS PARA ANIMALES - DETERMINACIÓN DE
NICARBAZINA EN ALIMENTOS Y PREMEZCLAS PARA
CONSUMO ANIMAL – MÉTODO DE PRUEBA POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (CLAR).**

**ANIMAL FEED - DETERMINATION OF NICARBAZIN –
TEST METHOD FOR HIGH PERFORMANCE LIQUID
CHROMATOGRAPHIC**

PREFACIO

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

- AGRIBRANDS PURINA MÉXICO, S.A. DE C.V.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE ALIMENTOS PECUARIOS BALANCEADOS, A.C.
- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE LA TRANSFORMACIÓN.
Sección 49, Fabricantes de Alimentos Balanceados para Animales.
- CENTRO DE CONTROL AGROINDUSTRIAL, S.A.
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE ALIMENTOS BALANCEADOS PARA ANIMALES.
- LABORATORIO DE CONSTATAción AGROINDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- MALTA TEXO DE MÉXICO, S.A. DE C.V.
- PILGRIM'S PRIDE, S.A. DE C.V.
- SECRETARÍA DE AGRICULTURA, GANADERÍA Y DESARROLLO RURAL, PESCA Y ALIMENTACIÓN.
- SECRETARÍA DE ECONOMÍA.
Dirección General de Normas.

**ALIMENTOS PARA ANIMALES - DETERMINACIÓN DE
NICARBAZINA EN ALIMENTOS Y PREMEZCLAS PARA
CONSUMO ANIMAL – MÉTODO DE PRUEBA POR
CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA
RESOLUCIÓN (CLAR).**

**ANIMAL FEED - DETERMINATION OF NICARBAZIN –
TEST METHOD FOR HIGH PERFORMANCE LIQUID
CHROMATOGRAPHIC**

1 OBJETIVO

Esta norma mexicana establece el procedimiento cromatográfico de líquidos de alta resolución (CLAR) para la determinación de nicarbazina en alimentos y premezclas para consumo animal.

2 CAMPO DE APLICACIÓN

Esta metodología es aplicable a alimentos y premezclas. Se debe considerar el peso de muestra y diluciones.

3 FUNDAMENTO

La nicarbazina se extrae con dimetilformamida seguido de una limpieza para separar impurezas, analizando el eluido a través de CLAR, en fase reversa.

4 MATERIAL Y EQUIPO

- Balanza analítica con precisión de 0,0001 g.
- Cromatógrafo de líquidos de alta resolución (CLAR) con detector UV-vis.
- Placa de calentamiento con agitación.
- Molino.
- Barras magnéticas.
- Criba US 30.
- Columna cromatográfica C-8 doble enlace, tamaño de partícula de 5 μm de 150 X 4,6 mm.
- Matraces volumétricos clase A de 100 cm^3 .
- Matraces Erlenmeyer de 250 cm^3 .
- Vasos de precipitados de 100 cm^3 .
- Pipetas volumétricas clase A de 25 y 100 cm^3 .
- Viales de 2 cm^3 .
- Acrodiscos de teflón (PTFE) de 0,45 μm de 17 mm de diámetro.
- Termómetro de -10 °C a 120 °C.
- Cronómetro.

5 REACTIVOS

- Dimetilformamida grado reactivo (DMF).
- DMF grado CLAR.
- Agua grado CLAR.
- Metanol grado CLAR.
- Solución estándar de nicarbazina:
 - Pesar 15 mg de nicarbazina pura en un matraz volumétrico de 100 cm^3 .
 - Disolver con 50 cm^3 de DMF grado CLAR con calentamiento suave.
 - Enfriar a temperatura ambiente y aforar con DMF grado CLAR.
 - Mezclar y almacenar protegido de la luz.
 - De esta solución se transfieren 50 cm^3 a un matraz volumétrico de 100 cm^3 y se diluye a volumen con DMF grado CLAR. Mezclar bien.
 - Cada cm^3 contiene 150 ppm de nicarbazina.

6 PROCEDIMIENTO

Condiciones cromatográficas:

- Flujo isocrático 1 cm³ por min.
- Volumen de inyección 10 µL.
- Longitud de onda 344 nm.
- Fase móvil metanol:agua 80:20.
- Tiempo de corrida de 6 min.
- Bajo estas condiciones el tiempo de retención de la nicarbazina está entre 2 y 3 min aproximadamente.

Preparación de la muestra:

- Moler la muestra hasta que pase a través de una malla US 30.
- Pesar 5 g de muestra en un vaso de precipitados de 100 cm³.
- Adicionar 25 cm³ de DMF grado reactivo.
- Calentar de 50°C a 60°C con agitación constante durante 5 min.
- Enfriar a temperatura ambiente.
- Filtrar a través de los acrodiscos.
- Recibir el filtrado en viales.
- Inyectar en el sistema cromatográfico.

Preparación de premezclas menores de 30,000 ppm de nicarbazina:

- Pesar 0,5 g de remezcla en un vaso de precipitados de 100 cm³.
- Adicionar 25 cm³ de DMF grado reactivo.
- Calentar de 50°C a 60°C con agitación constante durante 5 min.
- Enfriar a temperatura ambiente.
- Filtrar a través de los acrodiscos.
- Recibir el filtrado en viales.
- Inyectar en el sistema cromatográfico.

Preparación de premezclas mayores de 30,000 ppm de nicarbazina:

- Pesar 0,1 g de premezcla en un matraz Erlenmeyer de 250 cm³.
- Adicionar 100 cm³ de DMF grado reactivo.
- Calentar de 50°C a 60°C con agitación constante durante 15 min.
- Enfriar a temperatura ambiente.
- Filtrar a través de los acrodiscos.
- Recibir el filtrado en viales.
- Inyectar en el sistema cromatográfico.

Preparación de la curva estándar:

- Transferir 50 cm³ de la solución estándar de nicarbazina a un matraz volumétrico de 100 cm³.
- Aforar con DMF grado CLAR.
- La concentración esperada es de 75 ppm.
- De la solución anterior transferir 50 cm³ a un matraz volumétrico de 100 cm³.
- Aforar con DMF grado CLAR.
- La concentración esperada es de 37,5 ppm de nicarbazina.

NOTA 1: Las soluciones anteriores son estables durante 6 meses almacenadas en refrigeración.

Preparación de equipo CLAR:

- Pasar fase móvil a través del sistema cromatográfico durante 20 min aproximadamente para su estabilización.
- La secuencia de inyección deberá ser 3 estándares de calibración y muestras.
- Por cada 5 muestras inyectar el estándar de 75 ppm de nicarbazina.

Linealidad del sistema:

- El coeficiente de correlación lineal no deberá ser menor a 0,99

7 CÁLCULOS

ppm de nicarbazina = $\frac{\text{área de la muestra}}{\text{área del estándar(curva)}} \times \frac{\text{concentración de estándar(curva)}}{\text{peso de la muestra}} \times \text{dilución} \times \text{pureza del estándar}$

8 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el **Diario Oficial de la Federación**.

9 BIBLIOGRAFÍA

- Método interno Reka, S.A. de C.V.
- Laboratorio de Constatación Agroindustrial, S.A. de C.V.

10 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

DR. FRANCISCO RAMOS GÓMEZ
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS