

PROY-NMX-Y-168-SCFI-2006

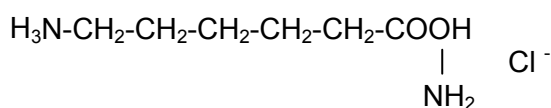
PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO Y CONSUMO ANIMAL - INGREDIENTES PARA LA ALIMENTACIÓN ANIMAL – L-LISINA (HCl Y LÍQUIDA) - ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA (CANCELA A LA NOM-Y-168-1979)

PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE AND ANIMAL CONSUMPTION - INGREDIENTS FOR ANIMAL FEED – L-LYSINE (HCl AND LIQUID) - SPECIFICATIONS AND TEST METHODS (CANCELS NOM-Y-168-1979)

0 INTRODUCCIÓN

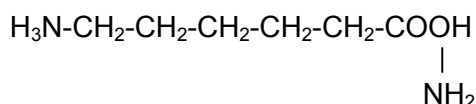
La Lisina es uno de los aminoácidos principales que constituyen la proteína animal. La Lisina es un nutriente esencial para los animales y debe ser proporcionada en la dieta. Las fuentes de proteína de los ingredientes naturales no son suficientes para cubrir las necesidades de aminoácidos esenciales para los animales en explotación intensiva, por lo que la suplementación de L-Lisina en las dietas de los animales permite obtener un balance favorable que resulta en un mejor desempeño.

En su forma comercial en polvo se presenta como monoclóhidrato de L-Lisina y cuya estructura molecular y fórmula se presenta a continuación:



$$\begin{array}{l} \text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_6 \text{ HCl} : 182.65 \\ \text{N} : 15.34\% \end{array}$$

En su forma líquida se presenta como L-Lisina y cuya estructura molecular y fórmula se presenta a continuación:



$$\begin{array}{l} \text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_6 : 146.19 \\ \text{N} : 9.58\% \end{array}$$

Este aminoácido se puede obtener por fermentación bacteriana o por síntesis orgánica.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece las especificaciones mínimas de calidad aplicables a los productos denominados L-Lisina HCl polvo y L-Lisina líquida, así como determinar los parámetros de composición del mismo para ser utilizado como ingrediente en la alimentación animal.

2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de la presente norma se deben consultar las siguientes normas mexicanas vigentes 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. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de enero de 2004.
NMX-B-231-1990	Cribas para clasificación de materiales granulares. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 9 de enero de 1991.
NMX-Y-031-1986	Productos para uso agropecuario - Determinación del pH. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de abril de 1986.
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.
NMX-Y-310-1995-SCFI	Productos para uso agropecuario y consumo animal - Determinación de metales - Método espectrofotométrico de absorción atómica - Método de prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 11 de enero de 1996.
NMX-Y-093-SCFI-2003	Alimentos para animales. Determinación de cenizas en alimentos terminados e ingredientes para animales- Método de prueba (Cancela a la NMX-Y-093-1976). Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 12 de marzo de 2003.
NMX-Y-098-SCFI-2001	Alimentos para animales. Determinación de humedad en alimentos terminados e ingredientes para animales- Método de prueba (Cancela a la NMX-Y-098-1979). Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 18 de julio de 2001.

3 CLASIFICACIÓN Y DESIGNACIÓN DEL PRODUCTO

El producto objeto de esta norma comprende a la L-Lisina Pulverizada, Granulada y Líquida.

De acuerdo a lo anterior se clasifican en dos tipos:

- Polvo: L-Lisina HCl 98,5% pulverizada y granulada (ambas mínimo 78,8% L-Lisina)
- Líquida: L-Lisina Líquida (mínimo 50% L-Lisina)

Su utilización de este producto es como complemento de alimentos balanceados incorporado a premezclas o mezclas con otros ingredientes.

4 ESPECIFICACIONES

La L-Lisina HCl y la L-Lisina líquida, grado alimenticio animal, deben cumplir con las siguientes especificaciones:

4.1 Sensoriales

Las especificaciones sensoriales que debe cumplir el producto objeto de esta norma se indican en el Tabla 1.

TABLA 1.- Especificaciones sensoriales

Atributo	L-Lisina líquida	L-Lisina HCl
Color	Café oscuro	Blanco a café claro
Olor	Característico (poco perceptible)	Inodoro
Aspecto	Líquido	Polvo o granulado

4.2 Físicas

4.2 L-Lisina HCl

La L-Lisina HCl, grado alimenticio animal, debe cumplir con las siguientes especificaciones físicas de acuerdo con su presentación física: polvo o granulado.

4.2.1. Granulometría

L-Lisina HCl en polvo: Retenido en malla de 0,900mm de abertura (Malla 20) 5,0% máximo.
Pasa la malla de 0,112 mm de abertura (Malla150), 0% máximo.

L-Lisina HCl granular: Retenido en malla de 1,00 mm de abertura (Malla 16) 3,0% máximo.
Pasa la malla de 0,180 mm de abertura (Malla 80) 10,0% máximo.

4.3 Fisicoquímicas

4.3.1 L-Lisina Líquida

La L-Lisina líquida (C₆H₁₄N₂O₂) cuyo peso molecular es 146,19 g/gmol debe cumplir con las especificaciones fisicoquímicas establecidas en el Tabla 2.

TABLA 2. Especificaciones fisicoquímicas de L-Lisina líquida

Parámetros	Especificaciones	Método de prueba
Pureza (% p/p)	48,5-51,5%	Inciso 7.1
Densidad (g/mL) a 20°C	1,120-1,180	Inciso 7.2
pH (solución al 5% p/v)	9,0-11.0	Inciso 7.3

4.3.2 La L-Lisina HCl (C₆H₁₄N₂O₂ .HCl) cuyo peso molecular es 182,65 g/gmol debe cumplir con las especificaciones fisicoquímicas establecidas en la Tabla 3.

TABLA 3.- Especificaciones fisicoquímicas de L-Lisina HCl

Parámetros	Especificaciones	Método de prueba
Pureza (base seca)	98,5 % mínimo	Véase inciso 7.4
Lisina libre (base seca)	78,8% mínimo	Véase inciso 7.5
Humedad (pérdida por secado)	1,0% máximo	NMX-Y-098-SCFI
Cenizas (residuo por ignición)	1,0% máximo	NMX-Y-093-SCFI
Rotación específica a 20 °C	+ 18,0 ° a + 21,5 °	Véase inciso 7.6
pH (solución al 10% p/v)	5,0 - 6,0	Véase inciso 7.3
Amonio (NH ₄)	0,020% máximo	Véase inciso 7.7
Metales pesados (como Pb)	20 ppm máximo	Véase inciso 7.8
Arsénico (como As ₂ O ₃)	2 ppm máximo	NMX-Y-310-SCFI

5 MUESTREO

Realizar el muestreo del producto de acuerdo con los lineamientos de la Norma Mexicana NMX-Y-111-SCFI (véase 2 Referencias).

6 MÉTODOS DE PRUEBA

Para la verificación de las especificaciones físicas y químicas que se establecen en esta norma, se deben aplicar las Normas Mexicanas que se indican en el capítulo 2. Referencias y los métodos de ensayo que a continuación se establecen.

6.1 Determinación de la pureza de L-Lisina líquida

6.1.1. Fundamento

El método se basa en una titulación en medio no acuoso de una base débil (grupos amino de la lisina) con un ácido fuerte (ácido perclórico).

6.1.2 Equipos e Instrumentos

- Balanza analítica con sensibilidad de 0,01g

- Estufa de secado

6.1.3 Materiales

- Probeta graduada de 1 L;
- Matraz volumétrico de 1 L;
- Pipeta graduada de 10 cm³;
- Perilla de hule para pipeta;
- Desecador;
- Tapa de vidrio de caja petri o cápsula de vidrio;
- Matraz erlenmeyer de 250 cm³;
- Bureta graduada de 50 cm³;
- Pipeta graduada de 1 cm³ ó 2 cm³.

6.1.4 Reactivos

Los reactivos deben ser grado reactivo analítico a menos que se indique otra cosa; cuando se hable de agua, debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

6.1.4.1 Solución titulante

- Ácido perclórico (HClO₄);
- Ácido acético glacial;
- Anhídrido acético;
- Biftalato de potasio y
- Cristal violeta como indicador.

6.1.4.2 Determinación de la concentración

- Ácido fórmico;
- Ácido acético glacial;
- Ácido perclórico (HClO₄) 0,1N y
- Alfa naftolbenzeína como indicador.

6.1.5 Preparación de los reactivos

6.1.5.1 Ácido Perclórico 0,1 N

- Medir 800 cm³ de ácido acético glacial y transferirlos a un matraz volumétrico de 1L, introducir en un baño con hielo; añadir con una pipeta lentamente y resbalando por las paredes del matraz inclinado, 8,5 cm³ de ácido perclórico cuidando que la temperatura no exceda de 30 °C.
- Homogenizar y dejar reposar de 3 a 5 horas.
- Añadir 22,2 cm³ de anhídrido acético (para eliminar el agua presente), homogenizar y completar el aforo con ácido acético.
- Almacenar en un lugar fresco y seco.
- Dejar reposar la solución durante dos días y proceder a su valoración.

6.1.5.1.1 Valoración del ácido perclórico 0,1N

- Secar a 105 °C durante 4 horas biftalato de potasio y dejar enfriar en el desecador.
- Pesar con precisión 0,5g de biftalato de potasio seco, disolverlo en 80 cm³ de ácido acético glacial y añadir 5 gotas de indicador cristal violeta.

- Titular la solución con el ácido perclórico 0,1N hasta la aparición de una coloración azul. El color debe permanecer por 30 segundos con agitación continua.
- Correr un blanco con ácido acético.
- La normalidad de la solución de ácido perclórico se calcula con la siguiente fórmula:

$$N = p / [20,423 (V_1 - V_2)]$$

donde:

- p es el peso del biftalato de potasio
20,423 son los mg de biftalato de potasio equivalentes a 1 cm³ de ácido perclórico 0,1N.
V₁ es el volumen en cm³ de ácido perclórico gastado en la valoración.
V₂ es el volumen en cm³ de ácido perclórico gastado en el blanco.

6.1.5.2 Preparación del Indicador de alfa-naftolbenzeína

- Pesar 0,2g de alfa-naftolbenzeína y transferirlos a un matraz volumétrico de 100 cm³.
- Disolver con ácido acético glacial y completar el aforo.
- Nota: esta solución presenta una coloración naranja en medio ácido y color verde esmeralda en medio alcalino.

6.1.6 Procedimiento

6.1.6.1. Preparación de la muestra:

- Secar a 105 °C durante 30 minutos, una cápsula de vidrio o la tapa de una caja petri. Dejar enfriar en el desecador y registrar su peso(m₁).
- Transferir a esta cápsula o la tapa 2 gramos de muestra, registrar el peso completo (m₂) y meter al estufa a 105 °C durante 4 horas.
- Retirar de la estufa, dejar enfriar en el desecador y registrar su peso (m₃).
- Calcular el peso de la muestra como % de sólidos totales con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de sólidos totales} = [(m_2 - m_3) / (m_2 - m_1)] \times 100$$

donde:

- m₂ es el peso en gramos de la cápsula o la tapa.
m₃ es el peso en gramos de la cápsula o la tapa con la muestra.
m₁ es el peso en gramos de la cápsula o la tapa con la muestra seca.

6.1.6.2 Determinación

- Pesar con precisión 0,1g de muestra seca y transferirla a un matraz erlenmeyer de 250 cm³.
- Disolver con 3 cm³ de ácido fórmico.
- Añadir 80 cm³ de ácido acético glacial y 0,5 cm³ de indicador de alfa-naftolbenzeína.
- Titular esta solución con ácido perclórico 0,1N valorado hasta que la solución cambie de naranja a verde esmeralda.
- Correr un blanco de reactivos.
- Calcular el porcentaje de pureza de la muestra con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Pureza} = \{ [((V_1 - V_2) N \times 0,7309) / m] \times \% \text{ sólidos totales}$$

donde:

V_1 es el volumen de ácido perclórico gastado en la titulación de la muestra.

V_2 es el volumen de ácido perclórico gastado en el blanco de reactivos.

N es la normalidad de la solución preparada de ácido perclórico.

0,7309 es el miliequivalente de la L-lisina.

m es el peso de la muestra expresado en gramos

6.1.7 Expresión de resultados

El resultado corresponde al porcentaje de L-lisina presente en base seca.

6.2 Densidad (g/cm^3) a 20°C

Fundamento:

Esta prueba se basa en la relación que existe entre el peso de un volumen de una sustancia y el peso del mismo volumen de agua, a una temperatura dada.

6.2.1. Equipos e instrumentos

- Balanza analítica con sensibilidad de ± 0.0001 g, calibrada y verificada.
- Parrilla de calentamiento

6.2.2 Materiales

- Picnómetro de vidrio de 25 cm^3 con termómetro y capilar lateral con tapón esmerilado, calibrado. (ver Figura 1).
- Termómetro con un rango de temperatura de 0 a 40°C
- Baño María (baño de agua)
- Guantes de látex o de algodón
- Papel absorbente

6.2.3 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan, deben ser grado analítico y cuando se indique agua, debe entenderse agua destilada.

- Agua destilada
- Hielo en cubos
- Ácido sulfúrico
- Dicromato de potasio
- Éter o Acetona

6.2.3.1. Preparación de solución crómica para lavado del picnómetro

En un vaso de 500 cm^3 disolver 20 g de dicromato de potasio en 100 cm^3 de agua. Colocar el vaso dentro de un baño de hielo y lentamente con precaución adicionar 150 cm^3 de ácido sulfúrico, con ligera agitación. La mezcla crómica es extremadamente

corrosiva e higroscópica, guardar en frascos de vidrio ámbar en un lugar seguro o bien identificado. Cuando la mezcla adquiere un color verde, debe desecharse.

6.2.4. Procedimiento

6.2.4.1. Preparación y acondicionamiento de la muestra

- Bajar la temperatura de la muestra en un baño de hielo, dos o tres grados por debajo de la temperatura de la determinación (20 °C).

6.2.4.2. Calibración del picnómetro con agua

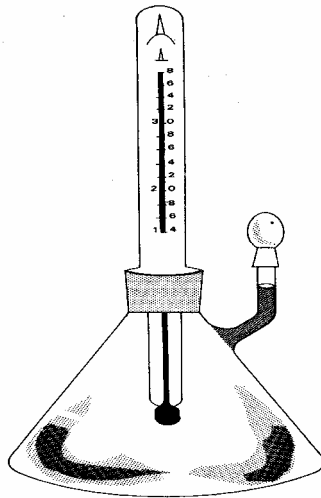
- Ensamblar y pesar el picnómetro vacío, limpio, y seco en una balanza analítica, registrando el peso en gramos.
- Retirar la tapa del tubo capilar y el tapón esmerilado con el termómetro.
- Llenar el picnómetro con agua destilada y con un baño de hielo o por calentamiento en baño maría, ajustar la temperatura a 20°C.
- Colocar el tapón esmerilado con el termómetro adaptado cuidadosamente y dejar que el exceso de agua salga por el tubo capilar. Verificar que no haya burbujas en el interior del cuerpo y capilar.
- Colocar el picnómetro lleno y ensamblado pero sin tapa, en un baño a 20°C. El nivel del agua del baño, quedará arriba de la marca de graduación del picnómetro.
- Al llegar a la temperatura exacta de 20°C, ajustar el volumen del tubo capilar, de tal manera que el menisco del líquido quede tangente al aforo.
- Secar muy bien el exterior y boca del capilar, con un papel absorbente.
- Colocar la tapa ajustándola bien.
- Sacar el picnómetro y secarlo escrupulosamente, por todo el exterior con papel absorbente, hasta que no queden gotas ni rastro de humedad, tener especial cuidado con la base del ramal y en la comisura de la junta del tapón esmerilado con el cuello del cuerpo.
- Tomar el picnómetro con guantes de látex o algodón y proceder a pesarlo con precisión de 0,0001g.
- Registrar el peso obtenido.

6.2.4.3. Calibración del picnómetro con la muestra

- Vaciar el contenido del picnómetro.
- Eliminar los residuos de agua, enjuagando el picnómetro vacío con varias porciones de éter, dejar secar completamente, o bien enjuagar con acetona y secar por medio de succión de aire.
- Usar el mismo tratamiento para limpiar el termómetro y la tapa.
- Para manejar el picnómetro usar guantes de látex o algodón.
- Ensamblar y pesar el picnómetro vacío, limpio, y seco en una balanza analítica, registrando el peso en gramos.
- Retirar la tapa del tubo capilar y el tapón esmerilado con el termómetro. Llenar el picnómetro con la muestra y enfriar a 20°C.
- Colocar el tapón esmerilado con el termómetro adaptado cuidadosamente y dejar que el exceso de la muestra salga por el tubo capilar. Verificar que no haya burbujas en el interior del cuerpo y capilar.
- Colocar el picnómetro lleno y ensamblado pero sin tapa, en un baño a 20°C. El nivel del agua del baño, quedará arriba de la marca de graduación.
- Al llegar a la temperatura exacta de 20°C, ajustar el volumen del tubo capilar, de tal manera que el menisco del líquido quede tangente al aforo.

- Secar muy bien el exterior y boca del capilar, con un papel absorbente.
- Colocar la tapa ajustándola bien.
- Sacar el picnómetro y secarlo escrupulosamente, por todo el exterior con papel absorbente, hasta que no queden gotas ni rastro de humedad, tener especial cuidado con la base del ramal y en la comisura de la junta del tapón esmerilado con el cuello del cuerpo.
- Tomar el picnómetro con guantes de látex o algodón y proceder a pesarlo con precisión de 0,0001g.
- Registrar el peso obtenido.

FIGURA 1. Picnómetro



6.2.5. Cálculos

Calcular el peso del agua contenida en el picnómetro con la siguiente fórmula:

$$m_{H_2O} = m_{pH_2O} - m_p$$

donde:

m_{pH_2O} es el peso en gramos del picnómetro lleno con agua.

m_p es el peso del picnómetro vacío, en gramos.

m_{H_2O} es el peso en gramos del agua a 20 °C.

La densidad específica de la muestra se calcula con la siguiente fórmula:

$$\rho = (m / m_{H_2O})$$

donde:

ρ es la densidad relativa de la muestra.

M es el peso de la muestra en gramos.

m_{H_2O} es el peso en gramos del agua a 20°C.

6.3 Determinación de pH

6.3.1 Fundamento

La potenciometría consiste en la medida de la diferencia de potencial presentada entre un electrodo indicador y un electrodo de referencia. En el caso de valoración de neutralización o determinación de pH en soluciones acuosas, se utiliza un electrodo combinado de vidrio calomel en donde el electrodo de vidrio contiene una solución buffer de pH constante y corresponde al electrodo de referencia; el electrodo de calomel externo contiene una disolución de concentración de hidrógeno conocida y es el electrodo indicador.

El electrodo crea un voltaje solamente cuando la concentración de hidrógeno a ambos lados de la membrana de vidrio es diferente. Un cambio de potencial de 0,059 V se presenta cada vez que se aumenta el pH una unidad. El pHmetro es un potenciómetro ordinario en el que el galvanómetro se ha sustituido por un transistor que indica la diferencia de potencial.

6.3.2. Equipo e Instrumentos

- Balanza analítica con sensibilidad de 0,1g.
- Potenciómetro o pHmetro.
- Electrodo combinado de vidrio / calomel

6.3.3. Materiales

- Vasos de precipitados de 100 y 200 cm³;
- Matraz volumétrico de 100 cm³ y
- Píseta.

6.3.4. Reactivos

- Agua destilada o desionizada;
- Solución buffer de pH 4 y
- Solución buffer de pH 7.

6.3.5. Procedimiento

6.3.5.1. Calibración del potenciómetro

- Enjuagar los electrodos con la ayuda de una píseta con agua destilada o desionizada y recibir la gota que escurre del extremo con un papel seco y absorbente.
- Transferir hacia un vaso de 50 cm³ suficiente solución de buffer de pH 4, para cubrir los electrodos y ajustar el control de estandarización de tal forma que la lectura de pH coincida con el pH indicado en el buffer.
- Enjuagar los electrodos con agua destilada o desionizada y recibir la gota que escurre del extremo con un papel seco y absorbente.
- Repetir el procedimiento con porciones frescas de buffer hasta que dos lecturas consecutivas presenten lecturas adentro de $\pm 0,02$ unidades de pH sin necesidad de mayor ajuste.
- Repetir la misma secuencia con el buffer de pH 7.

6.3.5.2. Preparación de la muestra

Pesar con precisión de 0,1g, cinco o diez gramos de muestra (solución al 5% p/v o solución al 10% p/v respectivamente) y transferirlos a un vaso de precipitados de 200 cm³, añadir aproximadamente 50 cm³ de agua y agitar de 10 a 15 minutos la solución hasta su completa disolución, transferir a un matraz volumétrico de 100 cm³ y enjuagar con porciones pequeñas de aproximadamente 10 cm³, el interior del vaso transfiriendo los lavados al matraz. Completar el aforo con agua, agitar y transferir hacia un vaso de 100 cm³ suficiente solución para cubrir los electrodos del potenciómetro o pHmetro.

6.3.5.3 Determinación

- Introducir los electrodos y realizar la lectura.
- Registrar el dato obtenido.
- Enjuagar los electrodos con la ayuda de una piseta con agua destilada o desionizada y recibir la gota que escurre del extremo con un papel seco y absorbente.
- Volver a realizar la lectura y registrarla.
- Repetir una tercera lectura, registrarla y verificar que las variaciones entre una lectura y otra se encuentren dentro de $\pm 0,02$ unidades de pH

6.3.5.4 Expresión de resultados

Reportar el promedio de las lecturas registradas con aproximación de una cifra decimal, como el valor de pH de la muestra en solución al 10%.

6.4. Determinación de la pureza de L-Lisina HCl

6.4.1 Equipo e Instrumentos

- Balanza analítica con sensibilidad de 0,01g
- Estufa de secado

6.4.2 Materiales

- Probeta graduada de 1 L;
- Matraz volumétrico de 1 L;
- Pipeta graduada de 10 cm³;
- Perilla de hule para pipeta;
- Desecador;
- Tapa de vidrio de caja petri o cápsula de vidrio;
- Matraz erlenmeyer de 250 cm³;
- Bureta graduada de 50 cm³ y
- Pipeta graduada de 1 o 2 cm³.

6.4.3 Reactivos

Los reactivos deben ser grado reactivo analítico a menos que se indique otra cosa; cuando se hable de agua, debe entenderse agua destilada o desmineralizada.

6.4.3.1 Solución titulante

- Ácido perclórico (HClO₄);
- Ácido acético glacial;
- Anhídrido acético;

- Biftalato de potasio seco y
- Cristal violeta como indicador.

6.4.3.2 Determinación de la pureza

- Ácido fórmico;
- Ácido acético glacial;
- Ácido perclórico (HClO₄) 0,1N;
- Acetato mercúrico seco y
- Alfa naftolbenzeína como indicador.

6.4.4. Preparación de los reactivos

6.4.4.1 Preparar la solución de ácido perclórico 0,1 N y calcular su normalidad como se indica en los puntos 7.1.5.1. y 7.1.5.1.1. de esta norma.

6.4.4.2 Preparar el indicador de alfa-naftolbenzeína como se indica en el punto 7.1.5.2. de esta norma.

6.4.4.3 Preparación del acetato mercúrico

- Secar durante 3 horas a 105 °C, el acetato mercúrico. Dejar enfriar en el desecador.
- Pesar 3 gramos del acetato mercúrico seco y transferirlos a un matraz volumétrico de 50 cm³.
- Añadir ácido acético glacial, disolverlo con agitación y llevar al aforo con el mismo ácido acético glacial.

6.4.5 Procedimiento

6.4.5.1 Preparación de la muestra

- Secar la muestra durante 3 horas a 105 °C.

6.4.5.2. Determinación

- Pesar con precisión 0,2g de muestra seca y transferirla a un matraz erlenmeyer de 250 cm³.
- Disolver con 3 cm³ de ácido fórmico.
- Añadir 50 cm³ de ácido acético glacial y 5 cm³ de acetato mercúrico.
- Añadir 0,5mL de indicador de alfa-naftolbenzeína.
- Titular esta solución con ácido perclórico 0,1N valorado hasta que la solución cambie de naranja a verde esmeralda.
- Correr un blanco de reactivos.
- Calcular el porcentaje de pureza de la muestra con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Pureza} = [(V_1 - V_2) N \times 0,9133] / m$$

donde:

V₁ es el volumen de ácido perclórico gastado en la titulación de la muestra.

V₂ es el volumen de ácido perclórico gastado en el blanco de reactivos.

N es la normalidad de la solución preparada de ácido perclórico.

0,9133 es el miliequivalente de la L-lisina HCl

m es el peso de la muestra expresado en gramos

6.4.6 Expresión de resultados

El resultado corresponde al porcentaje de pureza de la L-lisina HCl .

6.5. Cálculo para determinar la pureza de L-lisina a partir de la L-lisina HCl

Factor de conversión: $146,19 / 182,65 = 0,800$

donde:

146,19 es el peso molecular de la L-lisina

182,65 es el peso molecular de la L-lisina HCl

El porcentaje de pureza de L-lisina HCl , se multiplica por 0,8 para obtener el valor de la pureza como L-lisina.

6.6. Determinación de la Rotación específica

6.6.1. Fundamento

Las sustancias que hacen girar la luz polarizada, se denominan "ópticamente activas" y el ángulo de rotación que producen se conoce como rotación óptica. El equipo para medir la rotación óptica producida sobre un haz de luz polarizada al pasar por una sustancia ópticamente activa, es el Polarímetro y la magnitud de la rotación (en grados), indica la "pureza óptica" de la sustancia.

6.6.2. Equipo e Instrumentos

- Balanza analítica con sensibilidad de 0,01 g.
- Horno de secado
- Polarímetro con precisión de 0,01 a 0,05 ° de rotación angular.

6.6.3. Reactivos y materiales

6.6.3.1 Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se mencione otra cosa, cuando se hable de agua, debe entenderse como agua destilada.

- Ácido clorhídrico (HCl) 1 N

6.6.3.1.1. Preparación de los reactivos

Ácido clorhídrico 1N

Añadir despacio y con agitación, 90 cm³ de ácido clorhídrico a 500 cm³ de agua y continuar la disolución añadiendo el volumen de agua suficiente para obtener un volumen final de 1L.

6.6.3.2. Materiales

- Baño de agua (baño maría)
- Matraz volumétrico de 100 cm³
- Papel filtro de baja velocidad (Whatman 44)

6.6.4. Procedimiento

- Secar la muestra a 105 °C durante tres horas.
- Pesar con precisión de 0,01 g, ocho gramos de muestra y transferirlos a un matraz volumétrico de 100 cm³.
- Disolver con la solución de HCl 1 N y agregar más disolvente hasta cerca de la línea del aforo.
- Ajustar la temperatura del contenido del matraz a 25 °C, sumergiéndolo en un baño maría a temperatura constante.
- Agregar disolvente hasta el aforo y mezclar.
- Filtrar a través de papel filtro de baja velocidad de filtrado.
- Mantener la temperatura a 25 °C (véase Nota 1).
- Trasvasar la solución al tubo del polarímetro dentro de un tiempo no mayor de 30 minutos después de realizar la disolución. Durante el tiempo transcurrido, mantener la temperatura a 25 °C. Evitar al llenar el tubo la formación y desprendimiento de burbujas de aire, ya que interfieren el paso de la luz.
- Efectuar cuando menos, cinco lecturas de la rotación observada a 25 °C.
- Sustituir el tubo que contiene la muestra por uno que contenga solución de HCl 1N, a 25 °C y efectuar con éste igual número de lecturas.
- Para obtener la rotación observada corregida, ajustar el aparato a cero, sacar promedio de las lecturas del blanco (HCl 1N) y sustraer de éste el promedio de las lecturas de la solución de muestra si las dos cifras son del mismo signo, o agregarlo si las cifras tienen signo opuesto.

Nota 1. El poder rotatorio varía apreciablemente con la temperatura por lo que ésta debe mantenerse exacta durante la determinación.

6.6.5 Expresión de resultados

6.6.5.1. Cálculo de la rotación específica a 25 °C.

La rotación específica de la muestra se calcula con la siguiente fórmula:

$$[\alpha]_x^t = \frac{100 a}{l \cdot m \cdot d} = \frac{100 a}{l \cdot c}$$

donde:

- a es la rotación observada corregida, en grados, a la temperatura t y a la longitud de onda x.
- l es la longitud del tubo del polarímetro en decímetros.
- d es la densidad del líquido o de la solución, a la temperatura de observación.
- m es la concentración de la solución expresada en gramos por cada 100 g de solución.

c es la concentración de la solución expresada en gramos de la sustancia por cada 100 cm³ de la solución.

6.6.5.2. Cálculo del valor corregido de rotación específica a 20 °C.

La rotación específica de la muestra a 20 °C se calcula con la siguiente fórmula:

$$[\alpha]_{20}^x = [\alpha]_t^x - [0,04 (20 - 25)]$$

Donde:
20°

[α]₂₀^x es la rotación específica corregida para una temperatura de 20 °C a la longitud de onda.

t
[α]_t^x es la rotación específica obtenida a la temperatura de la prueba y a la longitud de onda.

0,04 es la pendiente de la curva obtenida (t°C vs [α]_x) a partir de las lecturas efectuadas con el material bajo estudio a diversas temperaturas.

25 corresponde a la temperatura de la prueba.

20 corresponde a la temperatura especificada.

6.7. Determinación de amonio:

Fundamento

El amonio presente en la muestra se separa por destilación al ser calentado bajo condiciones fuertemente alcalinas, recibiéndose como amoníaco en una solución diluída de ácido. La cantidad de amoníaco desprendida se mide en forma cualitativa al comparar la intensidad de la coloración amarilla que presenta al reaccionar con el yodo del reactivo de Nessler, con la intensidad de la coloración que presenta una referencia de concentración conocida.

6.7.1 Equipos e instrumentos

- Balanza analítica con precisión de 0,1 g
- Equipo para la destilación:
Parrilla de calentamiento

6.7.2 Materiales

- Matraces volumétricos de 1 L
- Pipeta volumétrica de 10 cm³
- Vaso de precipitados de 1L
- Varilla de vidrio
- Matraz volumétrico de 100 cm³
- Materiales para la destilación:
Matraz Kjeldahl de 800 cm³
Trampa de destilación

- Manguera ajustada en un extremo a un tubo de vidrio.
- Matraz Erlenmeyer de 500 cm³

6.7.3 Reactivos

- Hidróxido de sodio (solución al 10%)
- Ácido clorhídrico 0,1N
- Agua libre de amoníaco
- Reactivo de Nessler:
Hidróxido de sodio
Yoduro de mercurio rojo
Yoduro de potasio

6.7.3.1. Preparación de los reactivos

6.7.3.1.1 Solución al 10% de hidróxido de sodio

- Pesar 50 gramos de lentejas o escamas de hidróxido de sodio y transferirlas a un vaso de precipitados de 1L.
- Introducir el vaso en un baño de agua con hielo e ir añadiendo lentamente el agua para disolver hasta completar un volumen de 500 cm³; agitar suavemente con la ayuda de una varilla de vidrio hasta su disolución completa .
- Guardar en un recipiente cerrado y en un ambiente fresco y seco.

6.7.3.1.2 Ácido clorhídrico 0,1N

- En un matraz volumétrico de 1 L, disolver 85 cm³ de ácido clorhídrico en agua y completar el volumen hasta el aforo. Solución aproximada: 1N.
- No es necesaria su valoración.
- Transferir 10 cm³ de esta solución a un matraz volumétrico de 100 cm³ y completar el aforo con agua. Solución aproximada: 0,1 N.

6.7.3.1.3 Reactivo de Nessler

- Disolver 143 gramos de hidróxido de sodio en 700 cm³ de agua.
- Disolver 50 gramos de yoduro de mercurio rojo y 40 gramos de yoduro de potasio en 200 cm³ de agua.
- En un matraz volumétrico de 1 L vaciar la solución de yoduro hacia la solución de hidróxido y completar el volumen hasta el aforo con agua.
- Dejar reposar para que sedimente el precipitado que se forma y usar únicamente el sobrenadante líquido.

6.7.4 Procedimiento

6.7.4.1 Preparación de la solución de referencia

- Pesar 2,97 gramos de cloruro de amonio y transferirlos a un matraz volumétrico de 1L.
- Tomar con pipeta volumétrica, 10 cm³ de esta solución y transferirlos a un matraz volumétrico de 1L.
- Completar el volumen hasta el aforo con agua.

1 cm³ de esta solución contiene 0,01mg de NH₄.

6.7.4.2 Determinación

- Pesar 0,5 gramos de muestra y disolverlos con 60 cm³ de agua libre de amoníaco en un matraz Kjeldahl .
- Hacia un matraz Erlenmeyer de 500 cm³ transferir 10 cm³ de ácido clorhídrico 0,1N.
- Colocar el matraz sobre una parrilla de calentamiento apagada y conectarlo a través de una trampa a un condensador; el extremo del condensador debe estar unido a una manguera con el otro extremo ajustado a un tubo de vidrio.
- Sumergir la punta del tubo de vidrio en la solución de ácido clorhídrico 0,1N.
- Añadir al matraz Kjeldahl 20 cm³ de solución al 10% de hidróxido de sodio recién hervida.
- Prender la parrilla y destilar 35 cm³.
- Completar con agua el volumen hasta 50 cm³. Esta destilación corresponde a la solución de prueba.
- Añadir a la solución, 2 cm³ de solución al 10% de hidróxido de sodio recién hervida, mezclar y añadir 2 cm³ de reactivo de Nessler.
- Volver a mezclar.
- Tomar 50 cm³ de solución de amonio (0,01 mg / cm³), añadirle 2 cm³ de solución al 10% de hidróxido de sodio recién hervida, mezclar y añadir 2 cm³ de reactivo de Nessler.
- Volver a mezclar.

6.7.4.3 Evaluación de resultados

- Observar la coloración de la solución de prueba y de la solución referencia.
- El color de la primera no debe ser más oscuro que el producido por 0,01 mg de ion amonio [NH₄] en un volumen igual de solución, que contenga la misma cantidad de reactivos utilizada para la solución de prueba.

6.8. Determinación de metales pesados

Fundamento

Este método determina el contenido de impurezas metálicas más comunes que se colorean en presencia del ion sulfuro: Ag, As ,Bi, Cd, Cu, Hg, Pb, Sb y Sn, comparando la coloración que desarrollan con la de un estándar o referencia de ion Plomo bajo las condiciones de la prueba. Con este procedimiento, se determina si la muestra analizada no excede el límite de Metales pesados establecido en las especificaciones.

6.8.1 Equipos e instrumentos

- Balanza analítica con precisión de 0,1g.
- Parrilla de calentamiento.
- Mufla

6.8.2 Materiales

- Matraces volumétricos de 1L;
- Matraces volumétricos de 100 cm³;
- Crisol de porcelana para cenizas;
- Tubos Nessler de 50 cm³;

- Pipetas volumétricas de 10 cm³;
- Pipetas graduadas de 10 cm³;
- Papel indicador de pH de rango corto;
- Embudo de filtración;
- Papel filtro de filtración rápida y
- Baño de agua (baño María).

6.8.3 Reactivos

Los reactivos corresponden a grado reactivo analítico y libres de metales pesados. Cuando se indique agua se entenderá como agua destilada.

- Ácido sulfhídrico;
- Nitrato de plomo;
- Ácido acético glacial;
- Hidróxido de amonio;
- Ácido sulfúrico y
- Ácido nítrico.

6.8.3.1 Preparación de los reactivos

6.8.3.1.1 Solución saturada de sulfuro de hidrógeno

- Burbujear ácido sulfhídrico en agua fría.
- Guardar en frascos pequeños de color ámbar llenos casi hasta el borde, en un lugar oscuro y fresco.
- Esta solución mantiene su utilidad si presenta un fuerte olor a ácido sulfhídrico y si al añadirle un volumen igual de cloruro férrico (9 gramos de cloruro férrico en agua y aforado a 100 cm³) produce un copioso precipitado de azufre.

6.8.3.1.2 Solución referencia de nitrato de plomo

Solución madre. Disolver 159,8 mg de nitrato de plomo en 100 cm³ de agua, a la que se le ha adicionado 1 cm³ de ácido nítrico, diluir con agua hasta 1L y mezclar.

Solución referencia. El día que se va a utilizar, diluir 10 cm³ de la solución madre con agua en un matraz volumétrico de 100 cm³, completando el aforo. Cada cm³ de esta solución de referencia contiene el equivalente de 10 µg de ion plomo (Pb).

6.8.3.1.3 Ácido acético 1N

- En un matraz volumétrico de 1L disolver 58 cm³ de ácido acético glacial en 500 cm³ de agua destilada, completar el aforo con agua y dejar enfriar a temperatura ambiente.

6.8.3.1.4 Hidróxido de amonio 6N

- En un matraz volumétrico de 1L disolver 400 cm³ de hidróxido de amonio (28%) en agua destilada y completar el aforo con agua.

6.8.4. Procedimiento

6.8.4.1 Preparación de la solución de referencia

- Pipetear 2 cm³ de solución de referencia de Plomo (20 µg de Pb) hacia un tubo de reacción Nessler y añadir agua hasta un volumen de 25 cm³.
- Ajustar el pH entre 3,0 y 4,0 (utilizando papel indicador de pH de rango corto) con ácido acético 1 N o solución 6N de hidróxido de amonio.
- Diluir con agua hasta 40 cm³ y mezclar.

6.8.4.2 Preparación de la muestra

- Pesar con precisión de 0,1g, un gramo de muestra y transferirlo a un crisol para calcinación.
- Añadir suficiente ácido sulfurico para humedecer la muestra.
- Calentar con cuidado sobre una parrilla el crisol con la muestra a baja temperatura hasta que esté totalmente quemada, cubriendo el crisol parcialmente con una tapa adecuada durante la ignición.
- Una vez totalmente carbonizada, añadir 2 cm³ de ácido nítrico y 5 gotas de ácido sulfúrico.
- Calentar con cuidado hasta la formación de humos blancos.
- Posteriormente, calcinar en la mufla a una temperatura entre 500° a 600 °C hasta que se haya quemado todo el carbón.
- Enfriar, agregar 4 cm³ de ácido clorhídrico diluído (1 en 2), tapar y digerir en un baño María durante 10 a 15 minutos.
- Destapar y evaporar lentamente en un baño María hasta sequedad.
- Humedecer el residuo con 1 gota de ácido clorhídrico, agregar 10 cm³ de agua caliente y digerir durante 2 minutos más.
- Agregar gota a gota, solución 6N de hidróxido de amonio, verificando con un papel tornasol el punto en el que la solución sea alcalina.
- Diluir con agua a 25 cm³ y ajustar el pH entre 3,0 y 4,0 con solución 1N de ácido acético (usando papel indicador de pH de rango corto).
- Filtrar si es necesario, enjuagar el crisol y el filtro con 10 cm³ de agua destilada.
- Transferir la solución y los lavados a un tubo Nessler de 50 cm³, diluir con agua hasta 40 cm³ y mezclar.

6.8.4.3 Determinación

- Añadir 10 cm³ de solución de sulfuro de hidrógeno recién preparada al tubo de la solución de referencia y al tubo de la muestra, mezclar y dejar reposar 5 minutos.
- Observar los tubos hacia abajo sobre una superficie blanca.

6.8.4.4 Evaluación de resultados

- Observar la coloración de la solución de prueba y de la solución de referencia.
- El color de la primera no debe ser más oscuro que el de la solución de referencia.

7 ETIQUETADO Y ENVASE

7.1 Etiquetado y envasado

Para la fácil identificación y el envasado del producto objeto de la aplicación de esta norma, se debe cumplir con lo establecido en la NOM-012 (véase 2 Referencias):

8 BIBLIOGRAFÍA

NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de Octubre de 1993.

L-Lysine, in: Kyowa Hakko Kogyo Co., Ltd., "Aminoacids & Related Compounds, Specifications/General Tests", 6th Edition, 1998.

Densidad relativa, en: Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, 7^a. Edición, Tomo I; Procedimiento general MGA 0251, páginas 237-238.

Optical (Specific) Rotation, in: Food Chemicals Codex, 4th Edition, p.739-740, 1996.

pH in: Food Chemicals Codex, 4th Edition, p.740, 1996.

Ammonium (Test for ammonia and amines), in: American Chemical Society Specifications, "Reagent Chemicals", 6th Edition, p.20,55, 1981.

Heavy metals (as Lead), in: Food Chemicals Codex, 4th Edition, p.760-761, 1996.

9 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 10 de Diciembre de 2003

EL DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

**PRODUCTOS PARA USO AGROPECUARIO Y CONSUMO
ANIMAL - INGREDIENTES PARA LA ALIMENTACIÓN ANIMAL –
L-LISINA (HCI Y LÍQUIDA) - ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS
DE PRUEBA (CANCELA A LA NOM-Y-168-1979)**

**PRODUCTS FOR AGRICULTURAL USE AND ANIMAL
CONSUMPTION - INGREDIENTS FOR ANIMAL FEED – L-LYSINE
(HCI AND LIQUID) - SPECIFICATIONS AND TEST METHODS
(CANCELS NOM-Y-168-1979)**

P R E F A C I O

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

COMPañÍA ADM, S.A. DE C.V.

- BASF MEXICANA, S.A. DE C.V.

- BFI, INNOVATIONS, INC.

- CÁMARA NACIONAL DE LA INDUSTRIA DE TRANSFORMACIÓN
Sección 49 de Fabricantes de Alimentos Balanceados.

- CENTRO DE CONTROL AGROINDUSTRIAL, S.A.

- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE ALIMENTOS
PARA ANIMALES

DEGUSSA MÉXICO, S.A. DE C.V.

- FERMENTACIONES MEXICANAS, S.A. DE C.V.

- MALTA TEXO DE MÉXICO, S.A. DE C.V.

ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo		Página
0	Introducción	1
1	Objetivo y campo de aplicación	2
2	Referencias	2
3	Clasificación y designación del producto	3
4	Especificaciones	3
5	Muestreo	4
6	Métodos de prueba	5
7	Etiquetado y envase	23
8	Bibliografía	23
9	Concordancia con normas internacionales	24