



**NORMA MEXICANA**

**NMX-Y-094-SCFI-2012**

**ALIMENTOS PARA ANIMALES – DETERMINACIÓN DE  
FIBRA CRUDA EN ALIMENTOS BALANCEADOS E  
INGREDIENTES MAYORES  
(CANCELA A LA NMX-Y-094-SCFI-2008)**

**ANIMAL FEED – CRUDE FIBER DETERMINATION IN  
FINISHED FEEDS AND INGREDIENTS – TEST METHOD**



## PREFACIO

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

- AGRIBRANDS PURINA MÉXICO, S.A. DE C.V.
- CENTRO DE CONTROL AGROINDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE ALIMENTOS PARA ANIMALES
- EXTRACTOS Y MALTAS, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE CONSTATAION AGROINDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LA HACIENDA S.A.P.I. DE C.V.
- MALTA TEXO DE MÉXICO, S.A. DE C.V.
- NUTEK, S.A. DE C.V.
- PILGRIMS PRIDE, S. DE R.L. DE C.V.
- PREMEZCLAS Y VITAMINAS TEPA, S.A. DE C.V



## ÍNDICE DEL CONTENIDO

| <b>Número del capítulo</b> |   | <b>Página</b> |
|----------------------------|---|---------------|
| 1                          | Objetivo y campo de aplicación          | 3             |
| 2                          | Referencias                             | 3             |
| 3                          | Definiciones                            | 4             |
| 4                          | Fundamento                              | 4             |
| 5                          | Reactivos, Material Y Equipo            | 4             |
| 6                          | Procedimiento                           | 6             |
| 7                          | Expresión de Resultados                 | 9             |
| 8                          | Vigencia                                | 10            |
| 9                          | Bibliografía                            | 10            |
| 10                         | Concordancia con normas internacionales | 11            |



## NORMA MEXICANA

### NMX-Y-094-SCFI-2012

# ALIMENTOS PARA ANIMALES – DETERMINACIÓN DE FIBRA CRUDA EN ALIMENTOS BALANCEADOS E INGREDIENTES MAYORES (CANCELA A LA NMX-Y-094-SCFI-2008)

## ANIMAL FEED – CRUDE FIBER DETERMINATION IN FINISHED FEEDS AND INGREDIENTS – TEST METHOD

### 1 OBJETIVO

Esta norma mexicana tiene como objetivo establecer el método de prueba para la determinación de la fibra cruda en ingredientes y alimentos para animales. No es aplicable a polvos finos.

### 2 CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana es aplicable a ingredientes de origen vegetal y animal (incluyendo granos, pastas, harinas, forrajes, subproductos animales) y alimentos terminados con un contenido de fibra cruda mayor a 1.0 %.

---

La Dirección General de Normas de la Secretaría de Economía aprobó la presente norma, cuya declaratoria de vigencia fue publicada en el Diario Oficial de la Federación el:



### **3 DEFINICIONES**

#### **3.1 Agua**

Cuando se mencione agua en este documento se trata de agua destilada.

#### **3.2 Blanco**

Porción de reactivos sin muestra a determinar que se corre en paralelo a ésta siguiendo los mismos pasos del procedimiento de análisis.

#### **3.3 Digestión**

Procedimiento por medio del cual se hacen solubles los compuestos orgánicos.

#### **3.4 Fibra cerámica**

Material inerte que ayuda a la filtración.

#### **3.5 Polvos finos**

Partículas con un tamaño inferior a 40 micrómetros.

### **4 FUNDAMENTO**

La fibra cruda es la pérdida por calcinación del residuo seco remanente después de la digestión de la muestra con solución de ácido sulfúrico al 1.25 % de concentración e hidróxido de sodio o de potasio al 1.25 % de concentración, bajo las condiciones específicas de la prueba. La fibra cruda representa los componentes insolubles de la pared celular, como son la hemicelulosa, la celulosa y la lignina.

### **5 REACTIVOS, MATERIAL Y EQUIPO**

#### **5.1 Reactivos**

##### **5.1.1 Reactivos para la determinación de fibra cruda**

- Solución de ácido sulfúrico  $0.128 \pm 0.003$  M:  
Disolver 1.25 g (0.67 ml) de ácido sulfúrico en agua destilada dentro de un matraz volumétrico de 100 ml, agitar, aforar al volumen y mezclar. Verificar la concentración por titulación con carbonato de sodio.



- Solución de hidróxido de sodio  $0.313 \pm 0.005$  M o hidróxido de potasio  $0.23 \pm 0.005$  M:  
Disolver 1.25 g de hidróxido de sodio (o hidróxido de potasio) en 100 ml de agua libre de carbonatos. Verificar la concentración por titulación con biftalato de potasio.
- Alcohol etílico o acetona
- Antiespumante, por ejemplo n-octanol
- Ayuda para filtración: puede ser arena de mar (tratada con ácido clorhídrico 4 M, lavada con agua y calentada a 500 °C por 4 horas), Celite<sup>®</sup> 545 o fibra cerámica (colocar 60 g de fibra cerámica en una licuadora, añadir 800 ml de agua y mezclar 1 min a baja velocidad).

#### 5.1.2 Reactivos para el acondicionamiento de la muestra

- Solución de ácido clorhídrico 0.5 M:  
Adicionar 43 ml de ácido clorhídrico concentrado a 500 ml de agua destilada dentro de un matraz volumétrico de 1 litro, agitar, aforar al volumen y mezclar.
- Eter de petróleo, rango de ebullición de 40 °C a 60 °C.

#### 5.2 Material

- Crisoles para filtración, de cuarzo, porcelana, o vidrio resistente, con base filtrante adosada de una porosidad de 40  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ . Antes de usarse por primera vez, calentar cuidadosa y gradualmente un nuevo crisol para filtración a una temperatura que no exceda 525 °C y mantener por 30 minutos a 500 °C. Como una alternativa pueden usarse crisoles de acero inoxidable con malla del mismo material y con aberturas de 90  $\mu\text{m}$ , o Embudos para filtración, tipo Oklahoma o tipo California, con malla de acero inoxidable Tyler No. 200
- Matraz Kitasato



- Mallas de porcelana (si se usan crisoles para filtración).
- Cápsulas para calcinación, 50 ml, de porcelana, sílica o vitreosil.
- Perlas de ebullición
- Vasos de precipitados (Berzelius), 600 ml, sin vertedero, o Matraces Erlenmeyer de 500 ml.

### 5.3 Equipo

- Molino, capaz de moler la muestra de modo que esta pase por completo a través de una malla con aberturas de 1 mm.
- Balanza analítica, exactitud 0.0001 g.
- Estufa de secado
- Desecador, con sílica gel azul como desecante
- Mufra
- Sistema de vacío, con matraz kitasato
- Sistema de calentamiento, con sistema de enfriamiento capaz de mantener constante el volumen durante la digestión o Equipo para digestión, por ejemplo Labconco.  
En ambos sistemas ajustar la temperatura para que en cada unidad de calentamiento 200 ml de agua a 25 °C alcancen la ebullición en 15 min  $\pm$  2 min.

## 6 PROCEDIMIENTO

**6.1** Pesar 2.0 g  $\pm$  0.1 mg de muestra molida ( $p_1$ ).

**6.1.1** Si el contenido de grasa de la muestra es superior al 1.0 %, desengrasar con éter de petróleo.



**6.1.2** Si el contenido de carbonatos (como carbonato de calcio) en la muestra es superior al 1.0 %, tratarla con 100 ml de solución de ácido clorhídrico 0.5 M frío ( $< 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) para evitar la neutralización parcial del ácido sulfúrico durante la digestión con éste, agitando continuamente; después de 5 minutos, filtrar y lavar dos veces el residuo con 100 ml de agua fría.

**6.2** Colocar la muestra directa o acondicionada con cualquiera de los procesos anteriores (6.1.1 o 6.1.2) en un vaso de precipitados de 600 ml, evitando que se contamine con las fibras del papel o del cepillo utilizados para pesar y transferir la muestra.

**6.3** Digestión ácida

**6.3.1** Añadir entre 1.5 y 2.0 g de fibra cerámica preparada (si se va a filtrar con embudo Oklahoma o California), 200 ml de ácido sulfúrico 0.128 M caliente y una gota de antiespumante, como n-octanol. También se pueden añadir perlas de ebullición.

**6.3.2** Colocar el vaso en el sistema de calentamiento con las parrillas pre calentadas para alcanzar la ebullición en el menor tiempo posible y hervir durante  $30 \pm 1$  min (el tiempo se empieza a contar al inicio de la ebullición franca), manteniendo un volumen constante con la ayuda de un aditamento de refrigeración; rotar el vaso periódicamente si se adhieren sólidos a las paredes.

**6.3.3** Retirar el vaso del digestor. Transferir con cuidado la mezcla hacia el embudo o crisol de filtración, con la ayuda de una varilla de vidrio y vacío suave, si se utiliza un crisol, éste debe tener una cama de ayuda de filtrado con un espesor aproximado de la quinta parte de la altura del crisol (se puede cubrir con una malla de porcelana para prevenir salpicaduras).

**6.3.4** Enjuagar el vaso con cinco porciones de aproximadamente 10 ml de agua caliente. Ayudarse con succión. Cuidar que la placa del material de





filtración del crisol o embudo, permanezca totalmente cubierta por la cama de ayuda de filtrado para evitar que la fibra cruda traspase hasta la placa.

**6.3.5** Eliminar el vacío y añadir un volumen suficiente de acetona o alcohol etílico para apenas cubrir el residuo. Esperar unos minutos y con la ayuda de un poco de succión, eliminar la acetona o alcohol.

#### **6.4** Digestión alcalina

**6.4.1** Transferir el residuo al mismo vaso de digestión, añadir 200 ml de hidróxido de sodio 0.313 M (o hidróxido de potasio 0.23 M) hirviendo, calentar a ebullición durante  $30 \pm 1$  min (el tiempo se empieza a contar al inicio de la ebullición franca).

**6.4.2** Retirar el vaso del digestor y filtrar, lavar con 25 ml de ácido sulfúrico 0.128 M hirviendo, enjuagar con agua caliente hasta que el filtrado sea neutro. Con la ayuda de vacío, lavar el residuo tres veces con porciones de 30 ml de acetona o alcohol etílico. Secar el residuo por succión después de cada lavado.

#### **6.5** Secado

**6.5.1** Transferir el residuo a una cápsula o crisol para calcinación (si se usó un crisol para filtrar, colocar el crisol dentro de la cápsula para calcinación).

**6.5.2** Secar 2 horas a 130 °C. Dejar enfriar en el desecador y pesar ( $p_2$ ).

#### **6.6** Calcinación



**6.6.1** Calcinar en la mufla durante 30 min a 600 °C.

**6.6.2** Dejar enfriar en el desecador y volver a pesar ( $p_3$ ). La diferencia entre dos pesadas consecutivas no debe ser mayor a 2 mg. Entre cada pesada dejar enfriar el crisol un poco y, aún caliente, colocarlo dentro del desecador.

**6.7** Blanco

**6.7.1** Correr un blanco pesando 2 g (base seca) de fibra cerámica u otra ayuda de filtración, y siguiendo el mismo procedimiento para la muestra a partir del inciso 6.2 ( $p_4$ ).

## **7 EXPRESION DE RESULTADOS**

$$\% \text{ Fibra cruda} = \frac{(p_2 - p_3) - p_4}{p_1}$$

donde:

- $p_1$  es el peso de la muestra
- $p_2$  es el peso de la muestra digerida y seca
- $p_3$  es el peso del residuo de la calcinación
- $p_4$  es el peso del blanco

**7.1** Criterio de aceptación o rechazo

Como una guía para evaluar la precisión del ensayo realizado, se presenta la siguiente tabla 1 (véase tabla 1) de variación entre resultados de acuerdo al tipo de muestra analizada.

**TABLA 1.- Criterios de aceptación de resultados de fibra cruda, de acuerdo al tipo de muestra**

| Parámetro       | Muestra <sup>a</sup> |       |       |      |      |      |      |
|-----------------|----------------------|-------|-------|------|------|------|------|
|                 | 1                    | 2     | 3     | 4    | 5    | 6    | 7    |
| Media, g/100 g  | 22,33                | 19,03 | 11,58 | 7,33 | 6,02 | 3,00 | 2,28 |
| $s_r$ , g/100 g | 0,30                 | 0,69  | 0,19  | 0,21 | 0,20 | 0,11 | 0,10 |
| $CV_r$ , %      | 1,3                  | 3,6   | 1,6   | 2,8  | 3,3  | 3,8  | 4,2  |
| $r$ , g/100 g   | 0,84                 | 1,94  | 0,53  | 0,58 | 0,56 | 0,32 | 0,27 |
| $s_R$ , g/100 g | 0,58                 | 1,52  | 0,49  | 0,33 | 0,31 | 0,32 | 0,23 |
| $CV_R$ , %      | 2,6                  | 8,0   | 4,3   | 4,4  | 5,2  | 10,6 | 10,0 |
| $R$ , g/100 g   | 1,61                 | 4,25  | 1,38  | 0,91 | 0,88 | 0,89 | 0,64 |

Tomado de: ISO 6865 First edition 2000-10-15

<sup>a</sup> 1: Pasta de girasol; 2: Harina de palma; 3: Alimento para ganado; 4: Salvado de maíz; 5: Tapioca; 6: Alimento para perro; 7: Alimento para gato

$s_r$  Desviación estándar de la repetibilidad

$CV_r$  Coeficiente de variación de la repetibilidad

$r$  Límite de la repetibilidad ( $r = 2,8 \times s_r$ )

$s_R$  Desviación estándar de la reproducibilidad

$CV_R$  Coeficiente de variación de la reproducibilidad

$R$  Límite de la reproducibilidad ( $R = 2,8 \times s_R$ )

## 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 BIBLIOGRAFIA

- NMX-Z-013-1977, Guía para la redacción, estructuración y presentación de las normas mexicanas.



- NOM-008-SCFI-2002, Sistema general de unidades de medida.
- ISO 6865 First edition 2000-10-15, Animal feeding stuffs – Determination of crude fiber content – Method with intermediate filtration.
- ISO 4793:1980, Laboratory sintered (fritted) filters – Porosity grading, classification and designation.
- Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists (AOAC), 18 th edition, method 962.09 Fiber (Crude) in Animal Feed and Pet Food, Maryland USA, 2005.

## 10 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana coincide básicamente con la Norma Internacional ISO 6865:2000 *Determination of crude fiber content*, y difiere en los siguientes puntos:

- En esta norma se pesan 2 gramos de muestra, a diferencia del método ISO que recomienda 1 gramo.
- La norma considera 1 % mínimo de grasa para proceder a desengrasar la muestra, mientras que la norma ISO señala 10 %.
- La norma ISO menciona un segundo desengrase después de la primera filtración, mientras que el proyecto no lo contempla.
- El volumen de ácido y base para las digestiones es de 200 ml en el proyecto, mientras que en la norma ISO es de 150 ml.
- Se da la opción, en esta norma, de usar hidróxido de sodio o potasio para realizar la digestión alcalina de la muestra.
- Para llevar a cabo la filtración en esta norma se agrega la opción de usar embudos tipo Oklahoma o California.



**SECRETARÍA DE  
ECONOMÍA**

**NMX-Y-094-SCFI-2012  
12/12**

- En la norma ISO se describe un procedimiento para digerir y filtrar en un sistema semiautomático, el cual no se encuentra en la presente norma.
- La calcinación en esta norma es por 30 minutos a 600 °C y en el método ISO es hasta peso constante.
- Los criterios de interpretación de resultados son diferentes entre la presente norma y la norma ISO.
- Las unidades para reportar los resultados en cada método son distintas (% en la presente norma y g/kg en la norma ISO).

**MÉXICO, D. F. A 8 de Mayo de 2012**

**CHRISTIAN TURÉGANO ROLDÁN  
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS**

**SRZ/BSAL/RRM**