

Alimentos para animales: Métodos de muestreo y análisis

Determinación del contenido en carbadox y olaquinox mediante HPLC/UV

Esta norma ha sido elaborada por el comité técnico CTN 34 *Productos alimentarios*, cuya secretaría desempeña FIAB.

EXTRACTO DEL DOCUMENTO UNE-EN 16930

UNE-EN 16930

Alimentos para animales: Métodos de muestreo y análisis
Determinación del contenido en carbadox y olaquinox mediante HPLC/UV

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis. Determination of carbadox and olaquinox by HPLC/UV.

Aliments des animaux. Méthodes d'échantillonnage et d'analyse. Détermination des teneurs en carbadox et olaquinox par CLHP/UV.

Esta norma es la versión oficial, en español, de la Norma Europea EN 16930:2017.

EXTRACTO DEL DOCUMENTO UNE-EN 16930

Las observaciones a este documento han de dirigirse a:

Asociación Española de Normalización

Génova, 6
28004 MADRID-España
Tel.: 915 294 900
info@une.org
www.une.org
Depósito legal: M 5611:2018

© UNE 2018

Prohibida la reproducción sin el consentimiento de UNE.

Todos los derechos de propiedad intelectual de la presente norma son titularidad de UNE.

Índice

Prólogo europeo	6
1 Objeto y campo de aplicación.....	7
2 Normas para consulta.....	7
3 Principio	7
4 Materiales y reactivos.....	7
4.1 Agua, desmineralizada o desionizada, o como mínimo de una calidad equivalente.....	8
4.2 Metanol	8
4.3 Acetonitrilo.....	8
4.4 Ácido acético glacial, de una pureza mínima del 96%.....	8
4.5 Acetato amónico en forma de sal deshidratada, CH ₃ CO ₂ NH ₄	8
4.6 Disolvente de extracción, mezcla de metanol y agua (1:1 v:v)	8
4.7 Tampón de acetato amónico, 25 mM, pH = 4,35.....	8
4.8 Fase móvil para HPLC: mezcla de acetonitrilo:tampón (10:90; v:v).....	8
4.9 Disolvente para la disolución del carbadox: mezcla de metanol:acetonitrilo (1:1; v:v).....	9
4.10 Patrones de referencia	9
4.11 Disoluciones patrón.....	9
4.12 Óxido de aluminio neutro, de actividad Brockmann 1.	10
4.13 Cartucho para SPE de óxido de aluminio neutro, de 2 cm ³ , para 1 850 mg.....	10
4.14 Metanol técnico	10
5 Aparatos.....	10
5.1 pH-metro	11
5.2 Sistema de filtración para disolventes, que pueda utilizar filtros de membrana de 0,45 µm.....	11
5.3 Baño de ultrasonidos	11
5.4 Agitador mecánico u orbital	11
5.5 Centrífuga.....	11
5.6 Lana de vidrio	11
5.7 Columna de vidrio para cromatografía, de 200 mm a 400 mm de longitud, diámetro interno de 10 mm, con un extremo más estrecho y que incluya un tapón de lana de vidrio (5.6), o una columna equivalente.....	11
5.8 Papeles de filtro o filtros de microfibras de vidrio	11
5.9 Filtros de membrana de acetato de celulosa de un tamaño de poro de 0,45 µm	11
5.10 Filtros de PVDF para jeringas, de un tamaño de poro de 0,45 µm, y jeringas adecuadas	11
5.11 Sistema de HPLC.....	11
5.12 Cámara refrigerada o nevera mantenida a una temperatura comprendida entre 0 °C y 8 °C.....	12
6 Toma de muestras.....	12
7 Preparación de la muestra para análisis	12
7.1 Generalidades.....	12
7.2 Muestra de laboratorio	12
7.3 Muestra para análisis.....	12

7.4	Porción para análisis.....	12
8	Procedimiento	12
8.1	Extracción de productos alimenticios para animales que contienen entre 0,5 mg/kg y 100 mg/kg de inductores del crecimiento.....	12
8.2	Filtración	13
8.3	Purificación.....	13
8.4	Análisis mediante HPLC	13
8.5	Utilidad del sistema. Confirmación.....	14
9	Cálculos	16
10	Precisión	17
10.1	Estudio en colaboración.....	17
10.2	Repetibilidad.....	17
10.3	Reproducibilidad.....	18
11	Informe del ensayo	18
Anexo A (Informativo) Resultados del estudio en colaboración.....		20
A.1	Procedimiento	20
A.2	Materiales.....	20
A.3	Análisis estadístico de los resultados	22
A.4	Resultados e interpretación	23
A.5	Cromatograma de ejemplo.....	31
Bibliografía		33

1 Objeto y campo de aplicación

Esta norma europea describe un método basado en cromatografía líquida de alta resolución - detección UV (HPLC-UV) para la determinación simultánea del contenido de dos inductores del crecimiento, carbadox y olaquinox, en los piensos compuestos y en las materias primas, para unos niveles comprendidos desde el límite de cuantificación hasta 100 mg/kg.

Se ha demostrado que el límite de cuantificación del método es inferior a 3 mg/kg para olaquinox y de 4 mg/kg para carbadox.

2 Normas para consulta

Los documentos indicados a continuación, en su totalidad o en parte, son normas para consulta indispensables para la aplicación de este documento. Para las referencias con fecha, solo se aplica la edición citada. Para las referencias sin fecha se aplica la última edición (incluida cualquier modificación de esta).

EN ISO 6498, *Alimentos para animales. Directrices para la preparación de muestras (ISO 6498)*.