

1993-05-21

**UTENSILIOS DE CERÁMICA EMPLEADOS EN LA
COCCIÓN EN CONTACTO CON LOS ALIMENTOS.
LIBERACIÓN DE PLOMO Y DE CADMIO. LÍMITES
PERMISIBLES Y MÉTODO DE ENSAYO**

E: CERAMICS COOKWARE FOR COOKING IN CONTACT
WITH FOOD. RELEASE OF LEAD AND CADMIUM.
PERMISSIBLE LIMITS AND METHOD OF TEST.

CORRESPONDENCIA: esta norma es equivalente (EQV) a sus
documentos de referencia ISO 8391-1:
1986 e ISO 8391-2:1986

DESCRIPTORES: utensilio de cocina; equipo doméstico;
porcelana.

I.C.S.:97.040.60: 81.060.20

Armonizada con la Norma Venezolana COVENIN 3502:1999
Título: Utensilios de cerámica empleados en la cocción en contacto con alimentos.
Liberación de plomo y cadmio. Límites permisibles y métodos de ensayo.

Editada por el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC)
Apartado 14237 Bogotá, D.C. - Tel. 6078888 - Fax 2221435

PRÓLOGO

El Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación, **ICONTEC**, es el organismo nacional de normalización, según el Decreto 2269 de 1993.

El **ICONTEC** es una entidad de carácter privado, sin ánimo de lucro, cuya Misión es fundamental para brindar soporte y desarrollo al productor y protección al consumidor. Colabora con el sector gubernamental y apoya al sector privado del país, para lograr ventajas competitivas en los mercados interno y externo.

La representación de todos los sectores involucrados en el proceso de Normalización Técnica está garantizada por los Comités Técnicos y el período de Consulta Pública, este último caracterizado por la participación del público en general.

La NTC 3537 fue ratificada por el Consejo Directivo el 93-05-21.

Esta norma está sujeta a ser actualizada permanentemente con el objeto de que responda en todo momento a las necesidades y exigencias actuales. Esta norma es responsabilidad del Comité Técnico 260100 Cerámicos y Refractarios.

En consulta pública el proyecto se puso a consideración de las siguientes empresas:

ASOCIACIÓN COLOMBIANA DE CERAMISTAS
CRISTALERÍA PELDAR
LOCERÍA COLOMBIANA
MANCESA
SUMICOL
VAJILLAS DIAMANTE

El **ICONTEC** cuenta con un Centro de Información que pone a disposición de los interesados normas internacionales, regionales y nacionales.

DIRECCIÓN DE NORMALIZACIÓN

**UTENSILIOS DE CERÁMICA EMPLEADOS EN LA COCCIÓN
EN CONTACTO CON LOS ALIMENTOS. LIBERACIÓN DE PLOMO
Y DE CADMIO. LÍMITES PERMISIBLES Y MÉTODO DE ENSAYO**

ACLARACIÓN

Esta norma es equivalente a sus antecedentes ISO 8391/1 e ISO 8391/2.

0. INTRODUCCIÓN

0.1 La liberación de plomo y de cadmio que tiene lugar en los utensilios de cocción, demanda procedimientos efectivos de control que garanticen la protección de las personas ante posibles riesgos en su salud. La posibilidad de tal desprendimiento se incrementa cuando se formula, aplica o coce el vidriado en forma inapropiada. Hay un interés especial en los utensilios de cocción, ya que las condiciones normales de utilización (calentamiento de alimentos ácidos durante períodos prolongados) conducen a la extracción de plomo y de cadmio, solubles en los alimentos.

0.2 Como consideración secundaria, las normas que existen en los diferentes países en relación con los recipientes para cocción, no establecen barreras arancelarias para su comercialización internacional. Por esta razón, es necesario establecer métodos internacionalmente aceptables con respecto a los ensayos que se han de llevar a cabo en los recipientes de cocción, relativos a la liberación de plomo y de cadmio, así como definir los límites permitidos para la liberación de esos metales tóxicos.

0.3 Un grupo de expertos, convocado por la Organización Mundial de la Salud (OMS), con participación de la ISO, se reunió en Ginebra en noviembre de 1979, y recomendó valores límites para el desprendimiento de materiales tóxicos de los utensilios cerámicos de cocción, correspondientes a un método de ensayo al calor que se había propuesto. Además, allí se determinó que se debe ampliar el estudio del método con el propósito de determinar su repetitividad y reproducibilidad. El método establecido en este documento está basado en las recomendaciones de la Organización Mundial de la Salud y en estudios conjuntos posteriores en los cuales participaron catorce laboratorios de Estados Unidos, Europa y Japón.

1. ALCANCE

Esta norma es aplicable a los recipientes cerámicos destinados a la preparación de alimentos por medio de calentamiento.

2. OBJETO

Esta norma establece los límites permisibles y el método de ensayo para evaluar la liberación de plomo y de cadmio de los utensilios cerámicos de cocción, destinados a estar en contacto con los alimentos.

3. REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones que, mediante la referencia dentro de este texto, constituyen la integridad del mismo. En el momento de la publicación eran válidas las ediciones indicadas. Todas las normas están sujetas a actualización; los participantes, mediante acuerdos basados en esta norma, deben investigar la posibilidad de aplicar la última versión de las normas mencionadas.

ISO 3585: 1998, Glass Plant, Pipeline and Fittings - Properties of Borosilicate Glass 3.3.

ISO 6955: 1982, Analytical Spectroscopic Methods - Flame Emission, Atomic Absorption and Atomic Fluorescence - Vocabulary.

4. DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma, se aplican las siguientes definiciones:

4.1 Utensilios cerámicos de cocción: artículos de cerámica que se calientan durante el proceso de la preparación de los alimentos, por ejemplo artículos de porcelana y de loza. Sin embargo, no se incluyen los artículos de vidrio, de vitrocerámica y de porcelana esmaltada.

4.2 Solución de extracción: es el solvente empleado, durante el ensayo, para extraer el plomo y el cadmio de los utensilios de cocción.

5. LÍMITES PERMISIBLES

Los límites permitidos para la liberación de plomo y de cadmio de un utensilio cuando se determinan mediante el método establecido en esta norma, no deben exceder los valores indicados en la tabla siguiente:

Tabla

Utensilio de cocina	Plomo	Cadmio
	5 mg/l	0,5 mg/l

6. PRINCIPIO

El método de ensayo se basa en la extracción del plomo y del cadmio de las superficies de los utensilios que están normalmente en contacto, durante el proceso de cocción, con los alimentos o con sus vapores de cocción. Dicha extracción se lleva a cabo mediante el empleo de una solución caliente de ácido acético.

7. REACTIVOS

Todos los reactivos deben ser de grado analítico reconocido. A menos que se determine otra cosa, se debe emplear agua destilada o de una pureza equivalente.

7.1 ÁCIDO ACÉTICO GLACIAL (CH_3COOH) $d = 1,05 \text{ g/ml}$

Este reactivo se debe almacenar en la oscuridad.

7.2 SOLUCIÓN DE EXTRACCIÓN: solución de ácido acético al 4% (V/V)

7.2.1 Se agregan 40 ml de ácido acético glacial (véase el numeral 7.1) al agua y se diluye hasta 1 000 ml.

7.2.2 Esta solución debe ser de preparación reciente.

7.3 SOLUCIONES ESTÁNDAR CONCENTRADAS

7.3.1 Se preparan soluciones estándar concentradas, que contengan 1 000 mg de Pb/l y por lo menos 500 mg de Cd/l en la solución de ácido acético (véase el numeral 7.2) o en una solución de ácido nítrico al 2 % (V/V).

7.3.2 Alternativamente pueden emplearse soluciones estándar apropiadas para espectrometría de absorción atómica de plomo y de cadmio, las cuales se encuentran disponibles en el comercio.

8. EQUIPO

8.1 Los recipientes de vidrio empleados en los laboratorios deben cumplir con las exigencias de las normas ISO correspondientes y estar fabricados con vidrio borosilicato, como se encuentra establecido en la norma ISO 3585.

8.2 Estos aparatos son los de uso común en los laboratorios y, en particular, se emplea el siguiente:

Espectrómetro de absorción atómica: aparato con una sensibilidad mínima de 0,50 mg de Pb/l y 0,05 de Cd mg/l, para un 1 % de absorción. Su operación debe respetar las instrucciones establecidas por el fabricante. Aunque, opcionalmente, puede estar dotado de un dispositivo para la lectura digital de la concentración (DCR), el cual es útil para un rápido análisis.

9. MUESTREO

9.1 TAMAÑO DE LA MUESTRA

9.1.1 Lo ideal es establecer un sistema de control adecuado a cada circunstancia en particular.

9.1.2 De ser posible se deben someter a ensayo seis utensilios, cada uno de los cuales debe tener tamaño, forma, color y decoración idénticos.

9.2 PREPARACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LAS MUESTRAS DE ENSAYO

9.2.1 Las muestras de los utensilios de cocción deben encontrarse limpias y libres de grasa o de cualquier otro material que pueda afectar el ensayo.

9.2.2 Las muestras se lavan en forma rápida a una temperatura aproximada de 40 °C, con una solución que contenga un detergente no ácido.

9.2.3 Se enjuagan con agua del grifo y luego, con agua destilada o en agua de pureza equivalente.

9.2.4 Se escurren y se seca, bien sea en un horno o mediante un papel de filtro nuevo, de manera que no se vaya a manchar.

9.2.5 Después de que las superficies que se someterán a ensayo se hayan secado, no deben tocarse con las manos.

10. PROCEDIMIENTO

10.1 VOLUMEN DE LLENADO

10.1.1 Se determina el volumen efectivo de la muestra, midiendo el volumen necesario de agua para llenar el recipiente hasta el borde.

10.1.2 Se llena cada recipiente con agua (limpiándolo primero, como se establece en el numeral 9.2), hasta dos tercios de su volumen efectivo.

10.1.3 Luego se cubren los recipientes con sus propias tapas. Si los recipientes de cocción sometidos a ensayo no poseen tapas, se cubren con vidrio plano, opaco y no plomado (u otra cubierta apropiada), con el objeto de prevenir la evaporación y de evitar que la superficie sometida a ensayo se exponga a la luz.

10.2 EXTRACCIÓN

10.2.1 Se coloca cada recipiente sobre una superficie caliente y se procede a calentar el agua a fuego lento hasta que hierva, momento en el cual se adiciona suficiente ácido acético glacial (véase el numeral 7.1) con el objeto de obtener una solución de ácido acético al 4 % (V/V).

10.2.2 El volumen, V_a , de ácido acético necesario puede calcularse a partir de la ecuación:

$$V_a = 0,041 \times V_w$$

Donde:

V_a = volumen del agua en el recipiente de cocción.

10.2.3 En el caso de recipientes que poseen su propio elemento de calentamiento, la temperatura se debe mantener en el punto en el cual el solvente hierve a fuego lento, empleando el elemento de calentamiento propio.

10.2.4 En el caso en el que el elemento de calentamiento produzca una ebullición fuerte, se puede emplear un dispositivo para controlar la temperatura y hacer que hierva a fuego lento. Si el elemento de calentamiento no genera una temperatura lo suficientemente elevada como para hacer que el solvente hierva a fuego lento, entonces se debe emplear la temperatura máxima generada por el elemento. Se deja hervir a fuego lento o se deja a la máxima temperatura alcanzable durante un período de 2 h, contado a partir del momento en que se adiciona el ácido acético.

10.2.5 Si durante el período de 2 h de calentamiento se presenta pérdida del solvente (como por ejemplo en el caso de las jarras de té), se reemplaza la pérdida con solución precalentada de ácido acético (véase el numeral 7.2), con el propósito de mantener el nivel de la solución en los dos tercios del volumen efectivo del recipiente.

10.2.6 Al cabo de las 2 h del período de calentamiento, se retira la fuente de calor de forma inmediata.

10.3 MUESTREO DE LA SOLUCIÓN DE EXTRACCIÓN PARA EL ANÁLISIS

10.3.1 Antes de realizar el muestreo de la solución de extracción con el propósito de determinar las concentraciones de plomo y de cadmio, o uno de los dos, se mezcla la solución de extracción en cada muestra, mediante un método apropiado que evite la pérdida de solución de extracción o cualquier abrasión en la superficie que se está sometiendo a ensayo (por ejemplo, utilizando una pipeta, se remueve y se vuelve a llenar el espécimen con la solución de extracción varias veces).

10.3.2 No se debe diluir la solución de extracción (por ejemplo enjuagando la muestra).

10.3.3 Se transfiere la solución de extracción a un recipiente de almacenamiento apropiado, construido de vidrio borosilicato. No es necesario traspasar toda la solución de extracción.

10.3.4 Si la concentración de la solución de extracción es superior a 20 mg/l, se toma una alícuota y se diluye con ácido acético (véase el numeral 7.2), para reducir la concentración a un valor de 20 mg/l.

10.3.5 Se analiza la solución de extracción una vez haya alcanzado la temperatura ambiente, puesto que existe el riesgo de que se presente una adsorción de plomo o de cadmio en las paredes del recipiente de almacenamiento, particularmente cuando los metales están presentes en bajas concentraciones.

10.4 CALIBRACIÓN Y DETERMINACIÓN

10.4.1 Se determinan y estandarizan cuidadosamente las técnicas de operación del instrumento, de manera que se utilice la sensibilidad máxima, ya que la determinación de concentraciones tan bajas como la del plomo de 0,50 mg/l o la del cadmio de 0,05 mg/l, exigen la capacidad máxima de la mayoría de los instrumentos.

10.4.2 Se preparan las soluciones de calibración, diluyendo las soluciones estándar disponibles (véase el numeral 7.3) con ácido acético (véase el numeral 7.2), y se emplea la técnica de los intervalos lineales o se construye una curva de calibración que tenga, por ejemplo, las absorbancias de las soluciones de calibración como abscisas y los contenidos de cadmio o de plomo correspondientes, en mg/l, como ordenadas.

10.4.3 Se realiza un ensayo en blanco con los reactivos que se han de emplear en cada conjunto de determinaciones. La solución de ensayo en blanco puede emplearse como número cero en la calibración, en caso de que se emplee la técnica de la curva de calibración.

10.4.4 De manera alternativa, se pueden emplear soluciones de calibración con concentraciones superiores.

10.4.5 Se emplean criterios similares para la determinación de la concentración de cadmio.

10.4.6 Se determinan las concentraciones de plomo y de cadmio de las soluciones de extracción, mediante espectrometría de absorción atómica, siguiendo el procedimiento indicado por el fabricante del instrumento.

11. RESULTADOS

11.1 TÉCNICA DE LOS INTERVALOS LINEALES

La concentración de plomo o de cadmio, c_o , expresada en mg/l de la solución de extracción, se obtiene mediante la ecuación:

$$C_o = \frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1} \times (C_2 - C_1) + C_1$$

Donde:

- A_0 = es la absorbancia correspondiente al plomo o al cadmio de la solución de extracción.
- A_1 = es la absorbancia correspondiente al plomo o al cadmio de la solución de menor concentración en ese intervalo.
- A_2 = absorbancia correspondiente al plomo o al cadmio de la solución de mayor concentración en ese intervalo.
- C_1 = concentración de plomo o de cadmio expresada en mg/l de la solución de menor concentración en ese intervalo.
- C_2 = concentración de plomo o de cadmio, expresada en mg/l, de la solución de mayor concentración en ese intervalo.

Nota. Si la solución de extracción se diluye (véase el numeral 10.3), se utiliza un factor de corrección apropiado en la ecuación.

11.2 TÉCNICA DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN

Se determina la concentración de plomo o de cadmio directamente a partir de la curva de calibración o por lectura directa.

11.3 INFORME

Se aproximan los resultados hasta el 0,1 mg/l más cercano, en relación con la concentración de plomo y al 0,01 mg/l con la de cadmio.

12. PRECISIÓN

Tabla¹⁾ Precisión

Intervalo o nivel (mg/l)	Repetitividad r	Reproducibilidad R
Plomo $0,48 \leq C_{pb} \leq 1,93$	0,69	1,63
Cadmio $0 < C_{cd} \leq 0,10$	0,01	0,01

¹⁾ Los datos relacionados con la precisión se obtuvieron a partir de un estudio conjunto realizado en 1981 por parte de la Administración Norteamericana de los Alimentos y las Drogas (FDA). El estudio incluyó catorce laboratorios de Estados Unidos, Puerto Rico, Japón, Alemania, Israel, Reino Unido, Irlanda, Canadá y Países Bajos. Las muestras de ensayo presentaron una concentración promedio de 1,0 mg/l de plomo. No había cadmio presente.

12.1 REPETITIVIDAD

La diferencia entre dos resultados particulares obtenidos de materiales idénticos de prueba por un operario que utilice el mismo aparato dentro de un intervalo de tiempo, lo más corto posible, excederá la repetitividad indicada en la tabla, en promedio, en no más de una vez en 20 casos en la realización correcta y normal del método.

12.2 REPRODUCIBILIDAD

La diferencia entre dos resultados particulares e independientes obtenidos por dos operarios que trabajan en diferentes laboratorios con material de ensayo idéntico excederá la reproducibilidad indicada en la tabla, en promedio, en no más de una vez en 20 casos en la realización correcta y normal del método.

13. INFORME DEL ENSAYO

El informe del ensayo debe incluir la siguiente información:

13.1 Referencia a esta norma

13.2 Identificación de la muestra

13.3 Los resultados y la forma en la cual están expresados

13.4 Cualquier comportamiento inusual observado durante la determinación

13.5 Cualquier operación que no se haya incluido en esta norma, o que se considere como opcional.

14. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Ceramic Cookware in Contact with Food - Release of Lead and Cadmium - Part 1: Method of Test. Geneva. 1986, 4p. (ISO 8391/1).

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Ceramic Cookware in Contact with Food - Release of Lead and Cadmium - Part 2: Permissible Limits. Geneva 1986, 2p. (ISO 8391/2).

Bibliografía

1. Proceedings, International Conference on Ceramic Foodware Safety, New York, NY, Lead Industries Association Inc., 1975, pp.8-17.
2. Evaluation of Mercury, Lead, Cadmium and the Food Additives Amaranth, Diethylpyrocarbonate, and Octyl Gallate, WHO Food Additives Series No. 4, Geneva, WHO, 1972, 84 pp.
3. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives. Evaluation of Certain Food Additives and the Contaminants: Mercury, Lead and Cadmium, WHO Technical Report Series No. 505, Geneva, WHO, 1972, 32 pp.
4. Ceramic Foodware Safety, Sampling, Analysis and Results for Release. WHO/Food Additives 77.44 (Report of a WHO Meeting, Geneva, 1976-06-08 to 10).
5. Gould, J.H., Butler, S.W., Boyer, K.W and Steele, E.A. (US Food and Drug Administration). Hot leaching of ceramic and enameled ware: A collaborative study, J. Assoc. Off. Anal. Chem. 66 (3) 1983: 000-000.