

**NORMA  
VENEZOLANA**

---

**COVENIN  
3293:1997**

**PIGMENTOS UTILIZADOS  
EN MATERIALES Y  
ARTÍCULOS DESTINADOS  
A ESTAR EN CONTACTO  
CON ALIMENTOS. MÉTODO  
DE ENSAYO PARA LA  
DETERMINACIÓN DE  
METALES PESADOS.**



## PROLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (**COVENIN**), reada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la COVENIN constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma fue elaborada bajo los lineamientos del Comité Técnico de Normalización **CT16: Envases y Embalajes** por el Subcomité Técnico **SC7: Especificaciones sanitarias para materiales y envases para alimentos** a través del convenio de cooperación suscrito entre **CAVENVASE** y **FONDONORMA**, siendo aprobada por la COVENIN en su reunión **No. 146** de fecha **07/05/97**.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades.

AVIPLA, IVIC, INSTITUTO NACIONAL DE HIGIENE “RAFAEL RANGEL”, LABORATORIOS CAM, ACOPACK, MONTANA GRÁFICA, PLÁSTICOS M.L.M., MASTER BATCH DE VENEZUELA, BASF VENEZOLANA, INDUSTRIAS QUÍMICAS CARABOBO, MINISTERIO DE SANIDAD Y ASISTENCIA SOCIAL.

**NORMA VENEZOLANA**  
**PIGMENTOS UTILIZADOS EN MATERIALES Y**  
**ARTÍCULOS DESTINADOS A ESTAR EN CONTACTO**  
**CON ALIMENTOS. METODO DE ENSAYO PARA LA**  
**DETERMINACION DE METALES PESADOS**

**COVENIN**  
**3293:1997**

## 1 OBJETO

Esta norma venezolana establece los requisitos y procedimientos analíticos básicos para determinar el contenido de Cadmio, Cromo, Mercurio, Arsénico y Plomo extraíbles, en pigmentos utilizados en materiales y artículos plásticos destinados a estar en contacto con alimentos.

Esta norma no contempla la determinación de metales pesados en colorantes

## 2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta norma es completa

## 3 DEFINICIONES

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

**3.1 Pigmentos:** son partículas sólidas, orgánicas o inorgánicas, coloreadas, blancas, negras o fluorescentes; que esencialmente no son solubles ni afectadas química o físicamente en el vehículo o sustrato en el que van a ser incorporadas.

**3.2 Colorantes:** son sustancias que imparten color cuya principal característica es ser solubles en el solvente, vehículo o sustrato en el que van a ser incorporados.

**3.3 Metales pesados:** son todos los metales de densidades mayores de  $4 \text{ g/cm}^3$  y que tienen efectos nocivos sobre la salud.

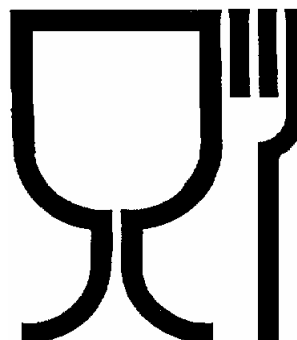
## 4 REQUISITOS

**4.1** El contenido de metales pesados en los pigmentos utilizados en la elaboración de materiales y artículos destinados a estar en contacto con los alimentos no debe exceder los límites establecidos en la tabla 1.

**Tabla 1 - Límite Máximo de Metales Pesados en Pigmentos**

Elemento	%	mg/kg (p.p.m)
Arsénico	0,01	100
Cadmio	0,005	50
Cromo VI	0,01	100
Mercurio	0,005	50
Plomo	0,01	100

**4.2** Los empaques que contengan los pigmentos que van a dar coloración a los materiales y artículos destinados a estar en contacto con alimentos deben estar identificados con el símbolo que se muestra en la fig 1:



**Figura 1 - Símbolo**

**4.3** Los pigmentos utilizados para dar coloración a envases y empaques para alimentos deben estar aprobados por la autoridad sanitaria competente.

## 5 MÉTODO DE ENSAYO

### 5.1 Principio

Este ensayo consiste en extraer y determinar el contenido de metales pesados solubles, presentes en una muestra de pigmentos secos

### 5.2 Aparatos

**5.2.1** Espectrofotómetro de Absorción Atómica.

**5.2.2** Espectrofotómetro U.V. -Vis

**5.2.3** Lámpara catódica de cada uno de los metales pesados a analizar

**5.2.4** Balanza analítica.

**5.2.5** Agitador mecánico

**5.2.6** Material usual de laboratorio

### 5.3 Reactivos

**5.3.1** Ácido Clorhídrico p.a.

**5.3.2** Solución de Ácido Clorhídrico 0,1N

**5.3.3** Soluciones patrones de los metales pesados a determinar.

**5.3.4** Borohidruro de sodio p.a.

**5.3.5** Etanol grado analítico.

**5.3.6** Difenilcarbazida p.a.

**5.3.7** Solución de Difenilcarbazida 0,25% ( 0,25 g en una mezcla de 50 mL de agua y 50 mL de acetona)

**5.3.8** Ácido Fosfórico 85%, p.a.

**5.3.9** Solución de ácido sulfúrico 2N

**5.3.10** Solución de hidróxido de sodio 2N

#### **5.4 Materiales a ensayar:**

Pigmentos secos en general.

#### **5.5 Procedimiento.**

**5.5.1** Se pesan 5 g de muestra pigmentaria directamente en un recipiente de vidrio.

**5.5.2** Se agrega etanol hasta obtener total humectación.

**5.5.3** Se agregan 75 mL de ácido clorhídrico 0,1 N, previamente ajustado a 25 °C.

**5.5.4** Se agita la muestra hasta obtener total homogeneidad, luego se continúa la agitación cuidadosamente por 15 min y se lleva cuantitativamente a 100 mL con ácido clorhídrico 0,1 N.

**5.5.5** Se filtra a través de papel de 2,5 µm de porosidad, recolectando la solución filtrada, la cual no debe presentar ningún tipo de coloración y/o turbidez.

**Nota 1:** Si la solución presenta coloración y/o turbidez no procede la aplicación de esta norma.

**5.5.6** Se determina el contenido de metales pesados en la solución mediante la siguiente metodología según sea el caso:

**A.- Arsénico:** para la determinación de arsénico debe usarse la espectrofotometría de absorción atómica, con corrección de ruido de fondo. La lectura se realiza a  $\lambda = 193,7$  nm.

**B.- Cadmio:** para la determinación de cadmio debe usarse la espectrofotometría de absorción atómica de llama de aire/acetileno con corrección de ruido de fondo. La lectura se realiza a  $\lambda = 228,8$  nm.

**C.- Cromo hexavalente:** para la determinación de cromo hexavalente debe usarse la técnica de espectrofotometría de UV-Vis con formación de un complejo coloreado entre el cromo hexavalente y una disolución de difenilcarbazida en medio ácido. La lectura se realiza a  $\lambda = 540$  nm.

**D.- Mercurio:** para la determinación de mercurio debe usarse la espectrofotometría de absorción atómica con generación de vapor en frío y corrección de ruido de fondo. La lectura se realiza a  $\lambda = 253,7$  nm.

**E.- Plomo:** para la determinación de plomo debe usarse la espectrofotometría de absorción atómica de llama de aire/acetileno y corrección de ruido de fondo. La lectura se realiza a  $\lambda = 217$  nm.

**Nota 2:** Adicionalmente a los procedimientos descritos anteriormente, puede usarse cualquier otra técnica analítica de mayor precisión, como por ejemplo: Generación de Hidruros o Plasma Inducido Acoplado (IPC) para la determinación de los metales pesados mencionados.

#### **5.6 Curvas Patrones**

**5.6.1** Solución Patrón Arsénico. 1mg/mL (1000 ppm)

**5.6.1.1** Solución Intermedia 0,1 mg/mL (100 ppm). Se miden 10 mL de la solución patrón, se lleva a un matríz aforado de 100 mL, previamente identificado y se completa el aforo con agua destilada, homogeneizando muy bien la solución. Esta solución contiene 100 ppm de arsénico.

**5.6.1.2** Soluciones de Trabajo. Se miden 0,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL y 15,0 mL de la solución intermedia y se colocan cada uno de estos volúmenes en matraces aforados de 100 mL previamente identificados y se completa el aforo con agua destilada, homogeneizando luego las soluciones. Estas soluciones contienen 0 ppm, 5 ppm, 10 ppm y 15 ppm de arsénico respectivamente.

**5.6.2 Solución Patrón de Cadmio.** 1mg/mL (1000 ppm)

**5.6.2.1** Solución Intermedia 0,1 mg/mL (100 ppm). Se mide 10 mL de la solución patrón se lleva a un matríz aforado de 100 mL, previamente identificado y se completa el aforo con agua destilada, homogeneizando muy bien la solución.. Esta solución contiene 100 ppm de cadmio.

**5.6.2.2** Soluciones de Trabajo. Se miden 0,0 mL ; 5,0 mL; 10,0 mL y 15,0 mL de la solución intermedia y se colocan en matraces aforados de 200 mL previamente identificados y se completa el aforo con agua destilada, homogeneizando luego las soluciones. Estas soluciones contienen 0 ppm; 2,5 ppm; 5 ppm y 7,5 ppm de cadmio respectivamente.

### 5.6.3 Solución Patrón de Mercurio. 1mg/mL (1000 ppm)

**5.6.3.1** Solución Intermedia 0,1 mg/mL (100 ppm). Se miden 10 mL de la solución patrón, se lleva a un matríz aforado de 100 mL, previamente identificado y se completa el aforo con agua destilada, homogeneizando muy bien la solución.. Esta solución contiene 100 ppm de mercurio.

**5.6.3.2** Soluciones de Trabajo. Se miden 0,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL y 15,0 mL de la solución intermedia y se colocan en matraces aforados de 200 mL previamente identificados y se completa el aforo con agua destilada, homogeneizando luego las soluciones. Estas soluciones contienen 0 ppm; 2,5 ppm; 5 ppm y 7,5 ppm de mercurio respectivamente.

### 5.6.4 Solución Patrón de Plomo. 1mg/mL (1000 ppm)

**5.6.4.1** Solución Intermedia 0,1 mg/mL (100 ppm). Se miden 10 mL de la solución patrón se lleva a un matríz aforado de 100 mL, previamente identificado y se completa el aforo con agua destilada, homogeneizando muy bien la solución.. Esta solución contiene 100 ppm de plomo.

**5.6.4.2** Soluciones de Trabajo. Se miden 0,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL y 15,0 mL de la solución intermedia y se colocan en matraces aforados de 100 mL, previamente identificados y se completa el aforo con agua destilada, homogeneizando luego las soluciones. Estas soluciones contienen 0 ppm; 5 ppm; 10 ppm y 15 ppm de plomo respectivamente.

### 5.6.5 Solución Patrón de Cromo Hexavalente. 0,1 mg/mL (100 ppm)

**5.6.5.1** Solución Intermedia 1µg/mL (1ppm). Se miden 10 mL de la solución patrón y se lleva a un matríz aforado de 1000 mL, previamente identificado, con ácido clorhídrico 0,1 N. Esta solución contiene 1 ppm de cromo hexavalente.

**5.6.5.2** Soluciones de Trabajo. Se miden 0,0 mL, 5,0 mL, 10,0 mL, 15,0 mL y 20,0 mL de la solución intermedia se ajusta a pH 7 con NaOH 2N; se adiciona 2 mL de solución de difenilcarbazida, de 1 mL a 2 mL de ácido ortofosfórico y 5 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2N, se transfieren cuantitativamente a matraces aforados de 50 mL con agua destilada.

Estas soluciones contienen 0 ppm, 0,1 ppm, 0,2 ppm , 0,3 ppm y 0,4 ppm de cromo hexavalente respectivamente.

## 5.7 Expresión de los resultados

$$CM = \{CL \times 100 \text{ mL} / PM\} \times FD$$

## Donde:

CM = Concentración del metal pesado en la muestra, expresada en ppm

CL = Lectura de la concentración del metal pesado en el ensayo, expresada en ppm

FD = Factor de dilución

PM = Peso de la muestra en gramos

## 5.8 Informe

El informe debe contener lo siguiente:

**5.8.1** Fecha de realización del ensayo.

**5.8.2** Identificación completa del pigmento ensayado

**5.8.3** Resultados obtenidos.

**5.8.4.** Número y título de la Norma Venezolana COVENIN consultada.

**5.8.5** Nombre del fabricante del pigmento ensayado.

**5.8.6** Nombre del analista.

**5.8.7** Observaciones.

## BIBLIOGRAFIA

Safe handing of color pigments, First Edition, 1993. Color Pigments Manufactures Association Inc., Virginia, U:S:A.

Directiva 80/S90/EEC. Determining the symbol that may accompany materials and articles intended to come into contact with foodstuffs.

Enciclopedia de Polimeros Ciencia y Tecnologia. Volumen 10

Determinación de metales Pesados ETAD. Método 212 y DIN 55610.

Norma Portuguesa PR NP 3853-1988. Materiales plásticos para contacto con alimentos. Pigmentos y colorantes. Determinación de cromo hexavalente. Método espectrofotométrico.

Norma Portuguesa. Determinación de Plomo. Método espectrofotométrico de absorción atómica.

Norma IRAM 3583. 1991. Seguridad de los juguetes. Requisitos toxicológicos.

SGS. Determinación de cromohexavalente. Methods for chemical analysis of water and wastes. EPA 600/4-82-055. 1982. Método 218-4 y 218-5.

COVENIN 197-2.1994. Seguridad de los juguetes. Parte 3. Migración de ciertos elementos.

Analysis of additives and process residues in plastics materials. DCM Squirell.

APME-ETAD-VDMI-Proposal for a directive on colored plastics materials and articles intended to come into contact with food. Edition 01-01-1988.

Determination of heavy metals. DIN 53770 and ISO 3856, ISO 6713.

ISO 787. Comparación de fase de dispersión de 2 pigmentos similares.

**COVENIN  
3293:1997**

**CATEGORÍA  
B**

---

**COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES  
MINISTERIO DE FOMENTO  
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Piso 11 y 12  
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12  
CARACAS**

**publicación de:**



**I.C.S: 67.250**

**ISBN: 980-06-1829-5**

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

---

**Descriptor: Pigmentos, metales pesados, contacto con alimentos, método.**