

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3366:1998**

**CONCENTRADOS DE PIGMENTOS
Y/O ADITIVOS UTILIZADOS EN
MATERIALES Y ARTÍCULOS
PLÁSTICOS DESTINADOS A ESTAR
EN CONTACTO CON ALIMENTOS.
DETERMINACIÓN DE METALES
PESADOS**



PROLOGO

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 la Cámara Venezolana del Envase **CAVENVASE** y **FONDONORMA**, siendo aprobada por **FONDONORMA** en la reunión del Consejo Superior N° **98-04** de fecha **1998/05/13**.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades: Instituto Venezolano de Investigación Científica **IVIC**; Laboratorios **CAM**; **Acopach-Empeven-Coverplast**; **Poliolefinas Industriales, C.A.**; Centro de Química Analítica (**UCV**); Instituto Nacional de Higiene **Rafael Rangel**; **Masterbach de Venezuela**; **Adicopla**; **Asociación Venezolana de Industrias Plásticas AVIPLA**; **Ministerio de Sanidad y Asistencia Social M.S.A.S.**

NORMA VENEZOLANA
CONCENTRADOS DE PIGMENTOS Y/O ADITIVOS **COVENIN**
UTILIZADOS EN MATERIALES Y ARTÍCULOS PLÁSTICOS **3366:1998**
DESTINADOS A ESTAR EN CONTACTO CON ALIMENTOS.
DETERMINACIÓN DE METALES PESADOS

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana establece los requisitos y procedimientos analíticos básicos para determinar el contenido de Cadmio, Cromo, Mercurio, Arsénico y Plomo extrapole en masterbatch utilizados en materiales y artículos plásticos destinados a estar en contacto con alimentos.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Las siguientes normas contienen disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana. Las ediciones indicadas estaban en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquéllos que realicen acuerdos en base a ellas, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente.

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.

3 DEFINICIONES

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

3.1 Masterbatch: es un concentrado de pigmentos y/o aditivos dispersados en una matriz polimérica, presentado en forma granulada, utilizado en pequeñas proporciones para impartir color, modificar propiedades y/o facilitar el procesamiento de las resinas plásticas.

3.2 Aditivos: son sustancias químicas utilizadas para modificar propiedades de una resina plástica y/o facilitar su procesamiento, incluyendo dentro de esta definición los rellenos y cargas.

4 REQUISITOS

4.1 Los pigmentos utilizados en la elaboración de los masterbatch, destinados a impartir color a los materiales y artículos plásticos para estar en contacto con alimentos, deben cumplir con la Norma Venezolana COVENIN 3293 y estar aprobados por la autoridad sanitaria competente.

4.2 La matriz polimérica y aditivos utilizados en la formulación de los masterbatch deben ser de grado atóxico y estar aprobados por la autoridad sanitaria competente.

4.3 Los límites máximos de metales pesados en los masterbatch, utilizados en la elaboración de materiales y artículos plásticos destinados a estar en contacto con los alimentos, no deben exceder los límites establecidos en la tabla 1.

Tabla 1: Límite Máximo de Metales Pesados en Masterbatch

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

4.4 Los empaques que contengan los masterbatch, que van a dar coloración a los materiales y artículos plásticos destinados a estar en contacto con alimentos, deben estar identificados con el símbolo que se muestra en la figura 1.

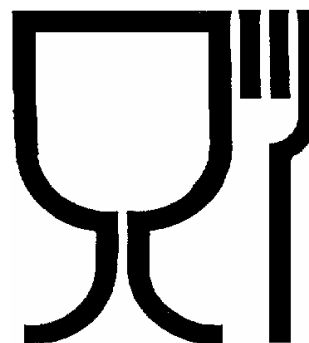


Figura 1: Símbolo

5 MÉTODO DE ENSAYO

5.1 Principio

Estos ensayos consisten en determinar el contenido de metales pesados extraíbles, presentes en una muestra de masterbatch.

5.2 Aparatos y Materiales

5.2.1 Espectrofotómetro de Absorción Atómica.

5.2.2 Lámpara catódica de cada uno de los metales pesados a analizar.

5.2.3 Balanza analítica.

5.2.4 Agitador mecánico.

5.2.5 Material usual de laboratorio.

5.3 Reactivos

5.3.1 Ácido Sulfúrico p.a.

5.3.2 Solución 1N de NaOH.

5.3.3 Borohidruro de sodio p.a.

5.3.4 Solución HNO₃.

5.3.5 Solución 0,1 N HCl.

5.4 Materiales a Ensayar

Concentrados de pigmentos y/o aditivos (masterbatch).

5.5 Procedimiento

Realizar los ensayos por triplicado. Se debe hacer un ensayo en blanco a fin de corregir los valores encontrados.

5.5.1 Pesar de 2 a 5 g de muestra.

5.5.2 Añadir 10 ml de ácido nítrico fumante, y calentar hasta que se observen dos fases.

5.5.3 Añadir 30 ml de la solución siguiente, según sea el caso:

Solución NaOH 1N: para Arsénico.

Solución HNO₃ 1N: para Plomo.

Solución HCl 0,1N: para Cadmio.

Solución HCl 0,1N: para Mercurio.

Solución HCl 0,1N: para Cromo.

5.5.4 Agitar la solución durante dos horas, a temperatura ambiente. En un balón aforado de 100 ml complete el aforo con la solución de extracción correspondiente.

5.5.5 Filtrar y lavar lava todo con una solución de agua desionizada a 80 °C, ligeramente acidificada con ácido nítrico.

Nota 1: Si se va a utilizar papel para filtrar la solución se recomienda usar uno de retención mayor a 6 µm y doble espesor. Añadir algunos ml de agua desionizada a 80 °C previo al filtrado.

5.5.6 Aforar a 50 ml con agua desionizada.

5.5.7 Determinar el contenido de metales pesados en la solución mediante la siguiente metodología según sea el caso:

a) **Arsénico:** para la determinación de arsénico se debe utilizar la espectrofotometría de absorción atómica, con corrección de ruido de fondo. Realizar la lectura a $\lambda = 193,7$ nm.

b) **Cadmio:** para la determinación de cadmio se debe utilizar la espectrofotometría de absorción atómica de llama de aire/acetileno con corrección de ruido de fondo. Realizar la lectura a $\lambda = 228,8$ nm.

c) **Cromo:** para la determinación de cromo se debe utilizar la espectrofotometría absorción atómica de llama de aire/acetileno con corrección de ruido de fondo. Realizar la lectura a $\lambda = 357,9$ nm.

d) **Mercurio:** para la determinación de mercurio se debe utilizar la espectrofotometría de absorción atómica con generación de vapor en frío y corrección de ruido de fondo. Realizar la lectura a $\lambda = 253,7$ nm.

e) **Plomo:** para la determinación de plomo se debe utilizar la espectrofotometría de absorción atómica de llama de aire/acetileno y corrección de ruido de fondo. Realizar la lectura a $\lambda = 217$ nm.

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

5.6 Curvas Patrones

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

5.6.1.1 Solución Intermedia 0,1 mg/ml (100 ppm): Medir 10 ml de la solución patrón, llevar a un matríz aforado de 100 ml, previamente identificado y completar el aforo con agua destilada, homogeneizando muy bien la solución. Esta solución contiene 100 ppm de arsénico.

5.6.1.2 Soluciones de Trabajo: Medir 0,0 ml; 5,0 ml; 10,0 ml y 15,0 ml de la solución intermedia, colocar cada uno de estos volúmenes en matraces aforados de 100 ml previamente identificados y completar el aforo con agua destilada, homogeneizando las soluciones. Estas soluciones contienen 0 ppm, 5 ppm, 10 ppm y 15 ppm de arsénico respectivamente.

5.6.2 Solución Patrón de Cadmio: 1 mg/ml (1000 ppm).

5.6.2.1 Solución Intermedia 0,01 mg/ml (10 ppm): Medir 1 ml de la solución patrón, llevar a un matríz aforado de 100 ml, previamente identificado y completar el aforo con agua destilada, homogeneizando muy bien la solución. Esta solución contiene 10 ppm de cadmio.

5.6.2.2 Soluciones de Trabajo: Medir 0,0 ml; 5,0 ml; 10,0 ml y 15,0 ml de la solución intermedia, colocar cada uno de estos volúmenes en matraces aforados de 200 ml previamente identificados y completar el aforo con agua destilada, homogeneizando las soluciones. Estas soluciones contienen 0 ppm; 0,25 ppm; 0,5 ppm y 0,75 ppm de cadmio respectivamente.

5.6.3 Solución Patrón de Mercurio: 1 mg/ml (1000 ppm).

5.6.3.1 Solución Intermedia 0,1 mg/ml (100 ppm): Medir 10 ml de la solución patrón, llevar a un matríz aforado de 100 ml, previamente identificado y completar el aforo con agua destilada, homogeneizando muy bien la solución. Esta solución contiene 100 ppm de mercurio.

5.6.3.2 Soluciones de Trabajo: Medir 0,0 ml; 5,0 ml; 10,0 ml y 15,0 ml de la solución intermedia, colocar cada uno de estos volúmenes en matraces aforados de 200 ml previamente identificados y completar el aforo con agua destilada, homogeneizando 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: 1 mg/ml (1000 ppm).

5.6.4.1 Solución Intermedia 0,1 mg/ml (100 ppm): Medir 10 ml de la solución patrón, llevar a un matríz aforado de 100 ml, previamente identificado y completar el aforo con agua destilada, homogeneizando muy bien la solución. Esta solución contiene 100 ppm de plomo.

5.6.4.2 Soluciones de Trabajo: Medir 0,0 ml; 5,0 ml; 10,0 ml y 15,0 ml de la solución intermedia, colocar cada uno de estos volúmenes en matraces aforados de 100 ml, previamente identificados y completar el aforo con agua destilada, homogeneizando las soluciones. Estas soluciones contienen 0 ppm, 5 ppm; 10 ppm y 15 ppm de plomo respectivamente.

5.6.5 Solución Patrón de Cromo: 1 µg/ml (1000 ppm).

5.6.5.1 Solución Intermedia 0,04 µg/ml (40 ppm): Medir 4 ml de la solución patrón y llevar a un matríz aforado de 100 ml, previamente identificado y completar el aforo con agua destilada, homogeneizando muy bien la solución. Esta solución contiene 40 ppm de cromo.

5.6.5.2 Soluciones de Trabajo: Medir 0,0 ml, 5,0 ml, 10,0 ml y 15,0 ml de la solución intermedia, colocar cada uno de estos volúmenes en matraces aforados de 100 ml previamente identificados y completar el aforo con agua destilada. Estas soluciones contienen 0 ppm, 2,00 ppm, 4,00 ppm y 6,00 ppm de cromo respectivamente.

5.7 Expresión de los resultados

Determinar la concentración del metal pesado en cualquier muestra mediante la siguiente expresión:

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

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 material 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 material ensayado.

5.8.6 Nombre del analista.

5.8.7 Observaciones.

BIBLIOGRAFÍA

Safe handling 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 Polímeros Ciencia y Tecnología. Volumen 10.

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

Norma Portuguesa PR NP 3853-1988. Materiales plásticos para contacto con géneros alimenticios. 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.

Participaron en la elaboración de la primera publicación de esta norma: De Smith, Blanca; Etienne Tolosa, Diana; González, Arelys; Gutiérrez, Carla; Gutierrez, Luis; Gustavo; Labady, Mary Martínez; María A.; Nuñez, Ronnie; Pérez, Gustavo; Risquez, Maria E.; Soyago, Jaime.

ANEXO A
(Informativo)

Tabla A.1: Solubilidad de las poliolefinas.

Polímero	Solvente	Método
Poli-etileno	2-Etilhexanol/Decalina (85/15)	Precipitación a baja temperatura
	Tetralina/Alcohol benzílico (60/40)	Precipitación por disminución de temperatura, 165 C a 105 C
	Tolueno/n-butanol	Precipitación
	Xileno/polioxietileno	Precipitación con temperatura, 130 C a 175 C
	Tetralina	Columna de extracción, temperatura variable
	o-Diclorobenceno	SEC, 130 C a 138 C
	1,2,4-Triclorobenceno	SEC, 135 C
Poli-1-buteno	Ciclohexano/acetona	Precipitación a 35 C
	1,2,4-Triclorobenceno	SEC, 80 C a 135 C
Polipropileno Isotáctico	Ciclohexanona/etilenglicol	Precipitación 130 C a 135 C
Polipropileno Atáctico	Benceno/metanol	Precipitación
	Benceno/acetona	Precipitación
Polipropileno	Tetralina	Columna de extracción, aumentando la temperatura
	o-Diclorobenceno	SEC, 135 C
Fuente: Vasile C. & Seymour R., Handbook of Poliolefins, Marcel Dekker. New York		

COVENIN
3366:1998

CATEGORÍA
B

FONDONORMA
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS

publicación de:



I.C.S: 67.250

ISBN: 980-06-2043-5

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptor: Masterbatch, Concentrado de pigmento, Concentrado de aditivo, Método de ensayo, Metales Pesados, Plástico, Contacto con alimento.