

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3446:1999**

**PIGMENTOS UTILIZADOS EN
MATERIALES Y ARTÍCULOS
DESTINADOS A ESTAR EN
CONTACTO CON ALIMENTOS.
DETERMINACIÓN DE AMINAS
AROMÁTICAS**



PRÓLOGO

La presente norma fue elaborada de acuerdo a 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 **FONDONORMA** en la reunión del Consejo Superior **No. 99-04** de fecha **14/04/99**.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades. Instituto Venezolano de Investigación Científica IVIC; Centro de Química Analítica (Escuela de Química) UCV; Ministerio de Sanidad y Asistencia Social M.S.A.S (Dirección de Higiene de los Alimentos); Inks Chemicals B & T; Tintas Olin C.A. y ROTOVEN.

NORMA VENEZOLANA
PIGMENTOS UTILIZADOS EN MATERIALES
Y ARTÍCULOS DESTINADOS A ESTAR
EN CONTACTO CON ALIMENTOS.
DETERMINACIÓN DE AMINAS AROMÁTICAS

COVENIN
3446:1999

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana establece los requisitos y procedimientos analíticos básicos para determinar el contenido de aminas aromáticas libres en pigmentos utilizados en materiales y artículos destinados a estar en contacto con alimentos.

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 Aminas: Compuestos orgánicos de nitrógeno en los cuales uno o más grupos alquílicos o arílicos están unidos al átomo de nitrógeno. Las aminas son derivados del amoníaco y pueden ser primarias, secundarias o terciarias, según el número de átomos de hidrógeno del amoníaco reemplazados por el grupo orgánico.

3.3 Aminas aromáticas: Son aquellas aminas en las cuales, por lo menos, un sustituyente orgánico es aromático.

4 REQUISITOS

4.1 El contenido de aminas aromáticas en los pigmentos utilizados en la elaboración de materiales y artículos destinados a estar en contacto con los alimentos no debe exceder de 0,05% (500 ppm).

4.2 En el caso de obtener resultados por encima de 250 ppm, se debe identificar la amina y realizar la curva de calibración con ella.

4.3 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 figura 1.



Figura 1. Símbolo

4.4 Los pigmentos utilizados para dar coloración a envases y empaques en contacto con 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 aminas aromáticas libres en una muestra de pigmentos secos.

Nota 1: Los pigmentos a ser evaluados deberán ser identificados según el color-index.

5.2 Aparatos y materiales

5.2.1 Beaker de 50 y 250 ml.

5.2.2 Centrífuga.

5.2.3 Tubo de centrifuga de 100 ml.

5.2.4 Embudo de separación de 250 ml.

5.2.5 Balón de fondo redondo.

5.2.6 Rotavapor.

5.2.7 Balón volumétrico de 50 ml.

5.2.8 Baño de hielo.

5.2.9 Espectrofotómetro UV-Vis.

5.3 Reactivos

5.3.1 Ácido clorhídrico 1 N.

5.3.2 Hidróxido de Sodio 5 N y 0,1 N.

5.3.3 Etanol puro para análisis.

5.3.4 Cloroformo puro para análisis.

5.3.5 Nitrito de Sodio 0,5 N.

5.3.6 Ácido sulfámico, $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$.

5.3.7 Papel almidón/iodo.

5.3.8 Carbonato de sodio 1 M.

5.3.9 Sal disódica del 2-hidroxi-2,7-naftalenodisulfónico, $\text{C}_{10}\text{H}_6\text{O}_7\text{S}_2\text{Na}_2$, (Sal-R), 0,05 M.

5.3.10 Mezcla de formamida/agua destilada (70:30).

5.3.11 Solución madre de anilina (50 mg de anilina en 1L de ácido clorhídrico 1 N).

5.4 Procedimiento

5.4.1 Preparar la Sal-R con una solución al 0,2% de 2-hidroxi-2,7-naftalenodisulfónico en una solución 1 M de carbonato de sodio.

5.4.2 Pesar 1 g de pigmento con exactitud de 0,01 g y transferir a un beaker de 250 ml.

5.4.3 Mojar la muestra con 3 ml de etanol, agregar 30 ml de ácido clorhídrico 1 N y mezclar, enérgicamente, durante 8 minutos.

5.4.4 Transferir la pasta al tubo de centrifuga de 100 ml, lavar los residuos en un beaker con 5 ml de ácido clorhídrico 1 N y juntar con la pasta en el tubo de centrifuga.

5.4.5 Centrifugar la mezcla durante 5 min. (3000 rpm) y transferir el sobrenadante a un embudo de separación de 250 ml.

Nota 2: Si existen en la superficie del sobrenadante partículas del pigmento, filtrar con papel, asegurando que ninguna partícula pase al embudo de separación.

5.4.6 Pasar nuevamente el pigmento al beaker y repetir el proceso de extracción con otros 30 ml de ácido clorhídrico 1 N, por 30 minutos; centrifugar y transferir el sobrenadante al mismo embudo de separación.

5.4.7 Neutralizar la solución con suficiente cantidad de hidróxido de sodio 5 N (aproximadamente 12 ml) y agregar 10 ml más; esperar hasta que la solución se enfríe a temperatura ambiente.

5.4.8 Extraer la solución tres veces con 10, 5, y 5 ml de cloroformo, respectivamente, juntando los extractos de cloroformo y rechazando, después de la última extracción, la solución acuosa.

5.4.9 Lavar el extracto con 50 ml de hidróxido de sodio 0,1 N y dos veces con 25 ml de agua. Descartar los lavados acuosos.

5.4.10 Transferir el extracto de cloroformo a un balón de fondo redondo de 100 ml, agregar unas gotas de ácido clorhídrico concentrado y evaporar, preferiblemente, con rotavapor hasta casi sequedad en temperatura no mayor de 30 C.

5.4.11 Disolver el residuo en 25 ml de solución de ácido clorhídrico 1 N.

5.4.12 Pasar 10 ml de la solución obtenida en el punto 5.4.11 al balón volumétrico de 50 ml y enfriar durante 10 min en un baño de hielo.

Nota 3: Mantener el balón protegido de la luz.

5.4.13 Añadir 0,1 ml de nitrito de sodio 0,5 N; mezclar y dejar por 15 min. en el baño de hielo.

5.4.14 Añadir 0,3 ml de ácido sulfámico 2,5 %; dejar por 5 min. y revisar la ausencia de nitritos con papel almidón/iodo. El papel debe decolorarse.

5.4.15 En el beaker de 50 ml, mezclar 6 ml de carbonato de sodio 1 M y 1 ml de la Sal-R; añadir la solución obtenida en el punto 5.4.14 gota por gota. Lavar el beaker con 2 porciones de 5 ml de la mezcla formamida/agua (70/30), agregándolas al balón volumétrico hasta enrase.

5.4.16 Después de 10 min., medir la absorbancia de la solución, utilizando la celda de 10 ó 40 mm en la longitud de onda de 570 nm, tomando como referencia 10 ml de la solución obtenida en el punto 5.4.11, tratada como la muestra con excepción del agregado de la solución de nitrito de sodio (blanco).

5.4.17 Realizar el ensayo por triplicado, desde los puntos 5.4.2 al 5.4.16.

5.4.18 Comparar el resultado con la curva de calibración obtenida en el punto 5.5.

5.5 Calibración

5.5.1 Preparar los patrones diluyendo 2, 5 y 10 ml de la solución madre de anilina hasta 50 ml en un balón volumétrico con solución de ácido clorhídrico 1 N, para obtener soluciones de 2, 5 y 10 ppm de anilina, respectivamente.

5.5.2 Tomar alícuotas de 10 ml de cada una de las soluciones patrones de anilina y seguir como en los puntos 5.4.11 hasta 5.4.15.

5.5.3 Obtener curva de calibración, graficando la absorbancia de soluciones versus la cantidad de anilina en 10 ml de las soluciones patrones (20, 50 y 100 µg).

6 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Presentar los resultados como el número de anilina equivalente a amina residual en pigmento, y calcular de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$NA = \frac{A \times 2,5}{M}$$

Donde:

NA : Número equivalente de anilina.

A : Cantidad de anilina leída de la curva de calibración, en µg.

M : Peso de la muestra, en g.

Nota 3: La verdadera concentración de la amina puede ser entre 50 y 200 % del número equivalente de anilina, dependiendo del tipo de amina presente.

7 INFORME

El Informe debe contener lo siguiente:

7.1 Fecha de realización del ensayo.

7.2 Identificación completa del material ensayado.

7.3 Resultados obtenidos.

7.4 Número y título de la Norma Venezolana COVENIN consultada.

7.5 Nombre del fabricante del material ensayado.

7.6 Nombre del analista.

7.7 Observaciones.

BIBLIOGRAFÍA

ETAD (Ecological and Toxicological Association of Dyes and Organic Pigment Manufacturers), Analytical Method No. 212, Proposed Method for the Determination of Unsulphonated Primary Aromatic Amines in pigments and in solvent soluble dyestuffs intended for use in food packaging, USA, 1977.

Participaron en la elaboración de la primera publicación de esta Norma: Etienne Tolosa, Diana; Labady, Mary Noriega, Carlos; Pérez, Gustavo; Pino, Víctor; Trejo, Zuleyka; Trejo, Edmundo.

**COVENIN
3446:1999**

**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: 980-06-2286-1

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptor: Material, artículo, contacto con alimento, contenido de amina aromática libre, pigmento, método de ensayo.