

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3819:2003**

**TINTAS PARA IMPRESIÓN
EN EMPAQUES PARA ALIMENTOS.
DETERMINACIÓN DE AMINAS
AROMÁTICAS LIBRES**



FONDONORMA

PRÓLOGO

La presente norma fue elaborada de acuerdo a las directrices 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 para la elaboración de normas suscrito entre **CAVENVASE** y **FONDONORMA**, siendo aprobada por **FONDONORMA** en la reunión del Consejo Superior **Nº 2003-03** de fecha **26/03/2003**.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades: Ministerio de Salud y Desarrollo Social-Dirección de Higiene de los Alimentos; Escuela de Química, UCV; Instituto Venezolano de Investigación Científica, IVIC; Mavesa; Laboratorios ACME.

**NORMA VENEZOLANA
TINTAS PARA IMPRESIÓN DE EMPAQUES PARA
ALIMENTOS. DETERMINACIÓN DE AMINAS
AROMÁTICAS LIBRES**

**COVENIN
3819:2003**

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana establece el procedimiento analítico básico para la determinación de la concentración de aminas aromáticas libres en tintas para impresión de empaques para alimentos.

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

La siguiente norma contiene disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana COVENIN. La edición indicada estaba en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos en base a ella, que analicen la conveniencia de usar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente:

COVENIN 3381:1998 Tintas utilizadas en artículos destinados a estar en contacto con alimentos. Determinación de metales pesados.

COVENIN 3446:1999 Pigmentos utilizados en materiales y artículos destinados a estar en contacto con alimentos. Determinación de aminas aromáticas.

3 DEFINICIONES

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

3.1 Tinta

Es una composición coloreada líquida o pastosa de un pigmento disperso en un vehículo, que seca en una capa sólida al ser aplicada sobre un material y sirve para la reproducción mecánica de un diseño.

Las tintas se clasifican según el método de impresión en:

3.1.1 Pastosa

3.1.1.1 Tipográfica.

3.1.1.2 Litográfica.

3.1.1.3 Serigráfica.

3.1.1.4 Ultravioleta

3.1.2 Líquida (Base agua o solvente)

3.1.2.1 Flexográfica.

3.1.2.2 Rotograbado.

3.2 Vehículo

Es una mezcla de resinas, solventes, aditivos y/o aceites que sirven para transportar el pigmento.

3.3 Artículo

Objeto obtenido a partir del proceso de transformación de un material.

COVENIN 3819:2003

3.4 Material

Sustancia de diferente naturaleza química susceptible a ser transformada (aluminio, cartón, hojalata, papel, plástico, vidrio, etc.).

3.5 Aminas

Compuestos orgánicos de nitrógeno en los cuales uno ó más grupos alquílicos ó arílicos están unidos al átomo de nitrógeno. Las aminas son derivadas del amoníaco y pueden ser primarias, secundarias y terciarias, según el número de átomos de hidrógenos del amoníaco reemplazado por el grupo orgánico.

3.6 Aminas aromáticas

Son aquellas aminas en las cuales, al menos un sustituyente es aromático

4 REQUISITOS

4.1 Las tintas utilizadas para imprimir empaques para alimentos deben cumplir con las Normas Venezolanas COVENIN 3381 y 3446, así como estar aprobada por la autoridad sanitaria competente.

4.2 El contenido de aminas aromáticas libres en las tintas utilizadas para la impresión de empaques para alimentos no debe de exceder de:

$$CA = pt \times 500 / 100$$

Donde:

CA = Contenido aromático en ppm.

pt = Porcentaje de pigmento en la tinta x 500 en ppm/100

4.3 En caso de obtener resultados por encima de 150 ppm, se debe identificar la amina y realizar la curva de calibración.

NOTA 1: Es necesario conocer la longitud de onda del diazo formado por la amina aromática con la Sal-R, para poder así calcular su verdadera concentración.

4.4 Los envases que contengan las tintas que van a ser destinados a imprimir envases y empaques destinados a estar en contacto con los alimentos, deben estar identificados con el símbolo que se muestra en la figura 1.



Figura 1. Símbolo

5 PRINCIPIO

Este ensayo consiste en extraer y determinar el contenido de aminas aromáticas libres en muestras de tintas.

6 APARATOS Y MATERIALES

- 6.1 Beaker de 50 y 250 ml.
- 6.2 Centrífuga.
- 6.3 Tubos de centrífuga de 100 ml.
- 6.4 Embudo de separación de 250 ml.
- 6.5 Balón de fondo redondo de 100 ml.
- 6.6 Rotavapor.
- 6.7 Balón volumétrico de 50 ml.
- 6.8 Baño de hielo.
- 6.9 Espectrofotómetro UV-Visible con celdas de 10 ó 40 mm.
- 6.10 Balanza analítica

7 REACTIVOS

- 7.1 Ácido clorhídrico 1 N.
- 7.2 Hidróxido de sodio 5 N y 0.1 N.
- 7.3 Etanol puro para análisis.
- 7.4 Cloroformo puro para análisis.
- 7.5 Nitrito de sodio 0.5 N (recientemente preparado).
- 7.6 Ácido Sulfámico, $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$.
- 7.7 Papel almidón/iodo.
- 7.8 Carbonato de sodio 1 M.
- 7.9 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. Esta se prepara con una solución al 0.2% de 2-hidroxi-2,7-naftalenodisulfónico en una solución 1 M de carbonato de sodio.
- 7.10 Mezcla de formamida/agua destilada (70:30).
- 7.11 Solución madre de anilina (50 mg de anilina en 1L de ácido clorhídrico 1 N).

8 PROCEDIMIENTO

- 8.1 Realizar los ensayos por triplicados. Hacer un ensayo en blanco a fin de corregir los valores encontrados.
- 8.2 Homogenizar la muestra.
- 8.3 Tratamiento de la muestra.

8.3.1 Líquida

Pesar 10 g de la tinta con una apreciación de 0,1 mg en un beaker de 250 ml.

8.3.2 Pastosa

Pesar 5 g de la tinta con una apreciación de 0,1 mg en un beaker de 250 ml de modo que quede esparcida homogéneamente por todo el fondo del beaker.

COVENIN 3819:2003

8.4 Secar en una estufa a 60° C hasta la evaporación del solvente.

8.5 Tratar el residuo con 5 ml de etanol, agregar 30 ml de ácido clorhídrico 1 N, tapar con un vidrio de reloj y agitar con un agitador magnético la mezcla por 30 min. Transferirla a un tubo de centrifuga.

8.6 Centrifugar hasta separación de capas, transferir el sobrenadante a un embudo de separación de 250 ml. Lavar el residuo con 5 ml de ácido clorhídrico 1 N y añadirlo al sobrenadante.

NOTA 2: Si existe en la superficie del sobrenadante partículas, filtrar con papel asegurándose que ninguna partícula pase al embudo de separación.

8.7 Pasar nuevamente los restos sólidos de tintas (8.6) al beaker y repetir el procedimiento 8.5 sin agregarle el etanol. Centrifugar y transferir el sobrenadante al mismo embudo de separación (8.6).

8.8 Neutralizar la solución con 25 ml de hidróxido de sodio (NaOH) 5 N y esperar que se enfríe.

8.9 Añadir 10 ml de cloroformo al embudo de separación y agitar fuertemente. Separar la capa de cloroformo. Realizar dos extracciones con 5 ml de cloroformo cada vez, reuniendo los extractos de cloroformo.

8.10 Lavar los extractos de cloroformo con 50 ml de NaOH 0,5 N y luego dos veces más con 25 ml de agua, descartando los lavados acuosos.

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

NOTA 3: Si no se tiene rotavapor, se puede dejar toda la noche a temperatura ambiente, en un beaker abierto para que se evapore todo el cloroformo en campana.

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

8.13 Pasar 10 ml de la solución obtenida en el punto 5.4.11 a un balón volumétrico de 50 ml y enfriar durante 10 min en un baño de hielo manteniendo el balón protegido de la luz.

8.14 Añadir 0,1 ml de nitrito de sodio 0,5 N; mezclar y dejar reposar por 5 min. Mantener en el baño con hielo.

8.15 Añadir 0,3 ml de ácido sulfámico 2,5 % mezclar y dejar reposar por 5 min. Verificar la ausencia de nitritos con papel almidón/iodo. El papel debe decolorarse.

8.16 En un beaker de 50 ml, mezclar 6 ml de carbonato de sodio 1 M y 1 ml de solución Sal-R, añadirla a la solución obtenida en el punto 8.15.- gota a gota. Lavar el beaker con dos porciones de 5 ml de la solución formamida/agua (70/30) agregándola al balón volumétrico hasta enrase.

8.17 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 8.12, tratada como la muestra sin adición de la solución de nitrito de sodio (blanco).

8.18 Comparar el resultado con la curva de calibración obtenida en el punto 9.

9 CALIBRACIÓN

9.1 Preparar los patrones diluyendo 2, 5, y 10 ml de la solución madre de anilina en balones volumétricos de 50 ml enrasando con solución de ácido clorhídrico 1 N para obtener soluciones de 2, 5 y 10 ppm de anilina respectivamente.

9.2 Tomar alícuotas de 10 ml de cada una de las soluciones patrones de anilina y seguir como en los puntos 5.4.12 hasta el 5.4.16.

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

10 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Presentar los resultados como el número de anilina equivalente a amina residual en tintas y calcularlo de acuerdo a la siguiente fórmula:

$$NA = A \times b / M$$

Donde:

NA = Número equivalente de anilina.

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

b = 2,5 para tintas líquidas y 5,0 si la tinta es pastosa.

M = Peso de la muestra, en g.

11 INFORME

El informe debe contener lo siguiente:

- 11.1 Fecha de realización del ensayo.
- 11.2 Identificación completa del material ensayado.
- 11.3 Resultados obtenidos.
- 11.4 Número y título de la Norma venezolana COVENIN consultada.
- 11.5 Nombre del fabricante del material.
- 11.6 Nombre del analista.
- 11.7 Observaciones.

BIBLIOGRAFÍA

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

Gangadhar Choudhary Gas-Liquid Chromatographic Determination of Toxic Diamines in Permanent Hair Dyes. Journal of Chromatography, 193 (1980) 277-284.

Participaron en la elaboración de esta norma: Angulo, Freddy; Dramiński, Wojciech; Etienne, Diana; Labady, Mary; Morales, Santiago; Pérez, Gustavo.

**COVENIN
3819:2003**

**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:



Depósito Legal: If5552003676301
ICS: 67.250

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

**Descriptores: Envase, embalaje, contacto con alimento, material, tinta, impresión,
amina aromática, método.**