

1999-07-28

---

**MÉTODO DE ENSAYO PARA DETERMINAR LA  
LIBERACIÓN DE PLOMO Y CADMIO EN  
RECIPIENTES CERÁMICOS EN CONTACTO CON  
ALIMENTOS**

E: CERAMIC WARE IN CONTACT WITH FOOD. RELEASE OF  
LEAD AND CADMIUM

---

CORRESPONDENCIA: esta norma es equivalente (EQV) a la  
ISO 6486-1.

---

DESCRIPTORES: vajillería; método de ensayo; plomo y  
cadmio.

---

I.C.S.: 97.040.60;81.060.20

---

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

---

Prohibida su reproducción

## 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 4634 fue ratificada por el Consejo Directivo el 99-07-28

Esta norma está sujeta a ser actualizada permanentemente con el objeto de que responda en todo momento a las necesidades y exigencias actuales.

A continuación se relacionan las empresas que colaboraron en el estudio de esta norma a través de su participación en el Comité Técnico 260100 Cerámicos y refractarios.

CERÁMICA SABANETA  
EUROCERÁMICA  
LOCERÍA COLOMBIANA  
MANCESA  
UNIDAD CORONA

Además de las anteriores, en Consulta Pública el Proyecto se puso a consideración de las siguientes empresas:

ALFAGRÉS S. A.	ICPC
ANFALIT	LADRILLERA HELIOS
ASOCRETO	LADRILLERA SANTAFÉ S. A.
CERÁMICA ITALIA	LUNSA
CERAMITA S. A.	MATCO S. A.
CONSTRUCTORA COLPATRIA	SUMINISTROS DE COLOMBIA S. A.
ELECTROPORCELANAS GAMMA S. A.	"SUMICOL"
EMPRESA DE REFRACTARIOS	SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y
COLOMBIANOS	COMERCIO
ESCUELA DE INGENIERÍA DE ANTIOQUIA	TEJAR SANTA TERESA
GRIFOS Y VÁLVULAS S. A.	UNIVERSIDAD NACIONAL DE MEDELLÍN

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

**DIRECCIÓN DE NORMALIZACIÓN**

**MÉTODO DE ENSAYO PARA DETERMINAR LA LIBERACIÓN  
DE PLOMO Y CADMIO EN RECIPIENTES CERÁMICOS EN  
CONTACTO CON ALIMENTOS**

**0.    INTRODUCCIÓN**

El problema de la liberación de plomo y de cadmio en los utensilios de cerámica requiere medios efectivos de control para garantizar la protección de las personas contra posibles peligros, provenientes del uso del vidriado y decoraciones formulados, aplicados y cocidos inapropiadamente sobre las superficies de los artículos de cerámica usados para preparar, servir y almacenar alimentos y bebidas. A manera de consideración secundaria, los diferentes requisitos de un país a otro para el control de la liberación de materiales tóxicos de las superficies de los artículos de cerámica, no presentan barreras arancelarias al comercio internacional de tales productos. En consecuencia es necesario establecer métodos aceptados internacionalmente para determinar en artículos de cerámica la liberación de plomo y cadmio, y definir los límites permisibles para la liberación de estos metales tóxicos pesados.

Un grupo de expertos convocado por la Organización Mundial de la Salud (OMS) se reunió en Ginebra, en junio de 1976 y recomendó la adopción de métodos de muestreo, procedimientos de ensayo y límites para la determinación de la liberación de materiales tóxicos de los artículos de cerámica. La OMS convocó una segunda reunión en noviembre de 1979. El método de ensayo especificado en esta norma se basa en las recomendaciones de la OMS.

**1.    OBJETO**

Esta norma especifica el método de ensayo para determinar la liberación de plomo y cadmio en utensilios de cerámica, que se emplean en contacto con los alimentos, por ejemplo los hechos de china vitrificada porcelana y loza, bien sea vidriada o no, sin tener en cuenta los artículos de vidrio, placa metálica esmaltada y de vitrocerámica.

**2.    CAMPO DE APLICACIÓN**

Esta norma se aplica a los artículos de cerámica que se usan para preparar, servir y almacenar alimentos y bebidas.

### **3. NORMAS QUE DEBEN CONSULTARSE**

La siguiente norma contiene disposiciones que, mediante la referencia dentro de este texto, constituye la integridad de esta norma. En el momento de la publicación era válida la edición indicada. 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 la norma mencionada a continuación:

ISO 3585:1998, Borosilicate Glass 3.3. Properties Third Edition

### **4. DEFINICIONES**

Para el propósito de esta norma se aplican las siguientes definiciones:

**4.1** Utensilio de cerámica: artículo de cerámica que se puede usar en contacto con alimentos, por ejemplo, cerámica hecha de porcelana y loza, bien sea vidriada o no.

**4.2** Utensilio plano: artículo de cerámica con una profundidad interna no superior a 25 mm, medida desde el punto más bajo hasta el plano horizontal que pasa por el punto de rebose.

**4.3** Utensilio obra hueca: artículo de cerámica con una profundidad interna superior a 25 mm, medida desde el punto más bajo hasta el plano horizontal que pasa por el punto de rebose.

Los utensilios obra hueca se pueden denominar grandes o pequeños, según su capacidad:

- a) Utensilios obra hueca grandes: los cuales tiene una capacidad igual o superior a 1,1 l.
- b) Utensilios obra hueca pequeños: los cuales tienen una capacidad menor que 1,1 l.

**4.4** Solución de ensayo: solvente usado durante el ensayo para extraer el plomo y el cadmio presentes en el utensilio de cerámica.

### **5. PRINCIPIO**

Mediante una solución de ácido acético se extrae el plomo y el cadmio de las superficies de cerámica que normalmente entran en contacto con los alimentos. Se determinan, por espectrometría de absorción atómica, las cantidades de plomo y de cadmio extraídas.

### **6. REACTIVOS**

Todos los reactivos deben ser de un grupo analítico reconocido. Se debe usar agua destilada o agua de una pureza equivalente.

#### **6.1 ÁCIDO ACÉTICO GLACIAL (CH<sub>3</sub>COOH) d=1,05 g/ml**

Este reactivo se debe conservar en un lugar oscuro.

## **6.2 SOLUCIÓN DE ENSAYO: SOLUCIÓN DE ÁCIDO ACÉTICO AL 4 % (V/V)**

Se agregan, al agua destilada 40 ml de ácido acético glacial (véase el numeral 6.1) y se diluye hasta 1 000 ml. Esta solución se debe utilizar fresca por lo que se debe preparar cada vez que se vaya a usar.

## **6.3 SOLUCIONES ANALÍTICAS CONCENTRADAS**

Se preparan soluciones analíticas concentradas, que contengan 1 000 mg de Pb/l y mínimo 500 mg de Cd/l, en la solución de ácido acético (véase el numeral 6.2) o en una solución de ácido nítrico al 2 % (V/V).

De modo alternativo, se pueden usar soluciones estándares apropiadas, disponibles en el comercio para espectrometría de absorción atómica.

## **7. APARATOS**

**7.1** Espectrómetro de absorción atómica, con una sensibilidad mínima de 0,5 mg de Pb/l, y 0,05 mg de Cd/l para una absorción de 1 %. Se debe operar de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Un lector digital de concentración (DCE) es opcional, pero útil, para lograr análisis rápidos.

**7.2** Artículos de vidrio borosilicato, de acuerdo con la norma ISO 3585.

## **8. TOMA DE MUESTRAS**

### **8.1 PRIORIDAD**

Se lleva a cabo el muestreo de los utensilios de cerámica en el siguiente orden de prioridad:

- a) Utensilios obra hueca grandes.
- b) Utensilios obra hueca pequeños.
- c) Utensilios planos.

Dentro de cada categoría, se debe dar prioridad a los utensilios que tengan la máxima relación área/volumen. Se deben muestrear especialmente los que estén muy coloreados o decorados en las superficies que hacen contacto con los alimentos.

### **8.2 TAMAÑO DE MUESTRA**

Es importante concebir un sistema de control que se considere apropiado para las circunstancias. Si son disponibles, se deben ensayar seis utensilios. Cada uno de éstos debe ser de tamaño, forma, color y decoración idénticos.

### **8.3    PREPARACIÓN Y PRESERVACIÓN DE LAS MUESTRAS DE ENSAYO**

Las muestras de los utensilios de mesa deben estar limpios y libres de grasa u otra sustancia que pueda afectar el ensayo.

Se lavan las muestras a una temperatura aproximada de 40 °C, con una solución que contenga un detergente no ácido. Se enjuaga con agua corriente y luego con agua destilada o agua de pureza equivalente. Se escurren y se secan en un horno o mediante papel filtro nuevo, con el fin de evitar manchas. Después de la limpieza no se deben manipular las superficies que se van a ensayar.

## **9.    PROCEDIMIENTO**

### **9.1    DETERMINACIÓN DEL VOLUMEN DE LLENADO**

Se coloca cada muestra sobre una superficie plana horizontal y se llena con agua hasta 5 mm del rebose, medidos a lo largo de la superficie de la muestra. Se mide el volumen (V) del agua con una precisión de  $\pm 2 \%$

### **9.2    DETERMINACIÓN DEL ÁREA SUPERFICIAL DE REFERENCIA PARA ARTÍCULOS PLANOS**

Se invierte la muestra sobre papel milimetrado y se dibuja el contorno de éste alrededor de su borde. Se calcula el área encerrada por el contorno y ésta se registra como el área superficial de referencia ( $A_R$ ) en  $\text{dm}^2$ .

### **9.3    EXTRACCIÓN**

#### **9.3.1    Temperatura de extracción**

Se realiza la extracción a una temperatura de  $22 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ .

#### **9.3.2    Lixiviación**

Se llena cada muestra con una solución de ensayo (véase el numeral 6.2) hasta 5 mm del rebose, medidos a lo largo de la muestra. Este último se cubre para evitar la exposición a la luz de la superficie sometida a ensayo. Se lixivia durante  $24 \text{ h} \pm 10 \text{ min}$ .

### **9.4    MUESTREO DE LA SOLUCIÓN DE EXTRACCIÓN PARA ANÁLISIS**

Antes de tomar la muestra de la solución de extracción para determinar la concentración de plomo o de cadmio, se mezcla la solución de extracción de cada espécimen mediante un método apropiado que evite cualquier pérdida de la solución de extracción o abrasión de la superficie que se está ensayando, por ejemplo usando una pipeta, se seca y se deja que la solución de extracción se devuelva sobre y dentro de la muestra varias veces. No se diluye la solución de extracción (por ejemplo al enjuagar el espécimen). Se transfiere la solución de extracción a un recipiente de almacenamiento adecuado, hecho de vidrio borosilicato. No es necesario transferir toda la solución de extracción.

Se analiza la solución de extracción lo más pronto posible, puesto que hay riesgos de adsorción de plomo y de cadmio sobre las paredes del recipiente de almacenamiento, especialmente cuando los metales están presentes en bajas concentraciones.

## **9.5    CALIBRACIÓN**

Cuidadosamente se establecen y estandarizan las técnicas de funcionamiento de los instrumentos, con el fin de utilizar la máxima sensibilidad, porque la determinación de concentraciones de plomo tan bajas como 0,50 mg/l, o concentraciones de cadmio tan bajas como 0,05 mg/l, requieren todo el potencial de la mayoría de los instrumentos.

Se presentan soluciones estándar por dilución de las soluciones analíticas concentradas (véase el numeral 6.3) con la solución de ensayo (véase el numeral 6.2), y se usa la técnica de los intervalos lineales, o se traza una curva de calibración que tenga, por ejemplo, como abscisas las absorbancias de las soluciones estándar y, como ordenadas, los contenidos correspondientes de plomo y de cadmio, en mg/l. Se realiza un ensayo en blanco con los reactivos usados para cada grupo de determinaciones.

## **9.6    DETERMINACIÓN DE PLOMO Y CADMIO**

Se determina la cantidad aproximada de plomo y de cadmio que hay en la solución de extracción, mediante la técnica de los intervalos lineales que usa las soluciones estándares preparadas (véase el numeral 9.5). Este procedimiento se puede usar con cualquier dispositivo de lectura disponible. Si se dispone de un dispositivo de promediación, en el de lectura, reduce los efectos del "ruido" de fondo y mejora tanto la exactitud como la precisión.

Si se halla que el contenido de plomo de la solución de extracción es mayor que 20 mg/l, se toma una porción alícuota adecuada y se diluye con la solución de ensayo (véase el numeral 6.2) para reducir la concentración hasta menos de 20 mg/l.

De modo alternativo, se pueden usar soluciones estándares de concentración más alta.

Consideraciones similares son aplicables a la determinación de cadmio. Se determinan los contenidos de plomo y de cadmio de la solución de extracción, mediante espectrometría de absorción atómica, usando el procedimiento especificado por el fabricante del instrumento.

## **10.    EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS**

### **10.1    TÉCNICA DE LOS INTERVALOS LINEALES**

El contenido ( $C_0$ ) de plomo o de cadmio expresado en mg/l de la solución de extracción, se obtiene mediante la siguiente fórmula:

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

Donde:

$A_0$     =    absorbancia de plomo o de cadmio en la solución de extracción.

$A_1$     =    absorbancia de plomo o de cadmio, en la solución de menor concentración en el intervalo lineal.

$A_2$     =    absorbancia de plomo o de cadmio, en la solución de mayor concentración en el intervalo lineal.

$C_1$  = contenido de plomo o de cadmio, en mg/l, de la solución de menor concentración en el intervalo lineal.

$C_2$  = contenido de plomo o de cadmio, en mg/l, de la solución de mayor concentración en el intervalo lineal.

Nota. Si se diluyó la solución de extracción (véase el numeral 9.6), en la fórmula se usa un factor apropiado de corrección.

## 10.2 TÉCNICA DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN

Se lee el contenido de plomo o de cadmio, directamente a partir de la curva de calibración o por lectura directa.

## 10.3 CÁLCULO DE LA LIBERACIÓN DE PLOMO Y DE CADMIO EN UTENSILIOS PLANOS

El plomo y el cadmio liberado por unidad de superficie en utensilios planos poco profundos ( $a_0$ ) expresado en mg/dm<sup>2</sup>, se obtiene mediante la siguiente fórmula:

$$\frac{C_0 \times V}{A_R}$$

Donde:

$C_0$  = contenido de plomo o de cadmio, expresado en mg/l, de la solución de extracción (véase el numeral 10.1 ó 10.2)

$V$  = volumen de llenado de la muestra, expresado en l (véase el numeral 9.1)

$A_R$  = área superficial de referencia, expresada en dm<sup>2</sup> de la muestra (véase el numeral 9.2).

## 10.4 INFORME

Para utensilios obra hueca se registra el resultado de la espectrometría con una aproximación de 0,1 mg de Pb/l y con una aproximación de 0,01 mg de Cd/l.

Para utensilios planos, se registra el resultado con una aproximación de 0,1 mg de Pb/dm<sup>2</sup> y con una aproximación de 0,01 mg de Cd/dm<sup>2</sup>.

## 11. INFORME DE ENSAYO

El informe debe incluir los siguientes datos:

- a) Referencia a esta norma
- b) Identificación de la muestra



- c)    Los resultados y el método de expresión utilizado
- d)    Cualquier operación que no se incluye en esta norma, o que se considere opcional
- e)    Cualquier característica, poco usual, que se detecte durante la determinación.

**DOCUMENTO DE REFERENCIA**

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Ceramic Ware in Contact with Food - Release of Lead and Cadmium - Part 1. Method of Test. Geneva, 1981, 3p. (ISO 6486/1).

**Anexo A (Informativo)**

**Bibliografía**

- [1] Proceedings, International Conference on Ceramic Foodware Safety, pp. 8-17, 1975, Lead Industries Association Inc., 292 Madison Avenue, New York, N.Y. 10017, U.S.A.
- [2] Who Food Additives Series No. 4, 1972.
- [3] Who Technical Report Series No. 505, 1972.
- [4] Who/Food Additives 77.44 Ceramic Foodware Safety Sampling, Analysis and Limits for Release (Report of a Who Meeting, Geneva 8-10 June 1976).
- [5] Who/Food Additives HCS/79.7 Ceramic Foodware Safety. Critical Review of Sampling, Analysis and Limits for Lead and Cadmium Release (Report of a Who Meeting, Geneva 12-14 November 1979).