



Quito – Ecuador

**NORMA
TÉCNICA
ECUATORIANA**

NTE INEN-ISO 6486-1

Primera edición
2015-07

**ARTÍCULOS DE CERÁMICA, ARTÍCULOS VITROCERÁMICOS Y
VAJILLA DE VIDRIO EN CONTACTO CON ALIMENTOS - EMISIÓN
DE PLOMO Y CADMIO - PARTE 1: MÉTODO DE ENSAYO
(ISO 6486-1:1999, IDT)**

CERAMIC WARE, GLASS-CERAMIC WARE AND GLASS DINNERWARE IN CONTACT WITH
FOOD — RELEASE OF LEAD AND CADMIUM — PART 1: TEST METHOD (ISO 6486-1:1999, IDT)

Correspondencia:

Esta Norma Técnica Ecuatoriana es una traducción idéntica de la Norma Internacional ISO 6486-1:1999.

DESCRIPTORES: Cerámica, vidrio, alimentos, emisiones, plomo, cadmio, método de ensayo
ICS: 81.060.20; 81.040.30; 67.250; 97.040.60

11 Páginas

CON LICENCIA DE USO PARA ASIAMBUSINESS DEL ECUADOR S.A., POR INEN

NÚMERO DE ORDEN: 001 - 005 - 000119725 / DESCARGADO: 2019-06-18

AUTORIZACIÓN A USUARIO ÚNICO, PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN. Todos los derechos reservados

© INEN 2015

Prólogo nacional

Esta Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN-ISO 6486-1 es una traducción idéntica de la Norma Internacional ISO 6486-1:1999, *Ceramic ware, glass-ceramic ware and glass dinnerware in contact with food — Release of lead and cadmium — Part 1: Test method*. El comité nacional responsable de esta Norma Técnica Ecuatoriana y de su traducción es el Comité Técnico de Normalización.

Para los propósitos de esta Norma Técnica Ecuatoriana, se ha hecho el siguiente cambio editorial:

- a) Las palabras “esta Norma Internacional” han sido reemplazadas por “esta norma nacional”.

Para el propósito de esta Norma Técnica Ecuatoriana, se enlistan los documentos normativos internacionales que se referencian en la Norma Internacional ISO 6486-1, y los documentos normativos nacionales correspondientes:

Documento Normativo Internacional	Documento Normativo Nacional
ISO 385-2:1984, <i>Laboratory glassware — Burettes — Part 2: Burettes for which no waiting time is specified.</i>	No existe documento nacional correspondiente.
ISO 648:1977, <i>Laboratory glassware — One-mark pipettes.</i>	No existe documento nacional correspondiente.
ISO 1042:1998, <i>Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks</i>	NTE INEN-ISO 1042:2014, <i>Material de vidrio para laboratorio. Matraces aforados con una línea de enrase. (ISO 1042:1998, IDT).</i>
ISO 3585:1998, <i>Borosilicate glass 3.3 — Properties</i>	No existe documento nacional correspondiente.
ISO 3696:1987, <i>Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods.</i>	NTE INEN-ISO 3696:2013, <i>Agua para uso en análisis de laboratorio-Especificación y métodos de ensayo (ISO 3696:1987 (E), IDT)</i>

Índice	Página
1 Objeto y campo de aplicación	1
2 Referencias normativas.....	1
3 Términos y definiciones.....	1
4 Principio.....	3
5 Reactivos y materiales	4
6 Equipos.....	5
7 Toma de muestras.....	5
8 Procedimiento.....	6
9 Expresión de resultados	8
10 Reproducibilidad y variabilidad.....	9
11 Informe de ensayo.....	10
Bibliografía.....	11

Prólogo

ISO (Organización Internacional de Normalización) es una federación mundial de organismos nacionales de normalización (organismos miembros de ISO). El trabajo de preparación de las normas internacionales normalmente se realiza a través de los comités técnicos de ISO. Cada organismo miembro interesado en una materia para la cual se haya establecido un comité técnico tiene el derecho a estar representado en dicho comité. Las Organizaciones Internacionales, públicas y privadas, en coordinación con ISO, también participan en el trabajo. ISO colabora estrechamente con la Comisión Electrotécnica Internacional (IEC) en todas las materias de normalización electrotécnica.

Las Normas Internacionales se redactan de acuerdo con las reglas establecidas en las Directivas ISO/IEC, Parte 3.

Los Proyectos de Normas Internacionales adoptados por los comités técnicos son enviados a los organismos miembros para votación. La publicación como Norma Internacional requiere la aprobación por lo menos del 75 % de los organismos miembros con derecho a voto.

Se advierte sobre la posibilidad de que algunos de los elementos de esta parte de la ISO 6486 puede estar sujeto a derechos de patente. ISO no se hace responsable por la identificación de ningún derecho de patente.

La Norma Internacional ISO 6486-1 fue preparada por el Comité Técnico ISO/TC 166, *Artículos de cerámica, vajilla de vidrio y artículos vitrocerámicos en contacto con alimentos*.

Esta segunda edición anula y reemplaza la primera edición (ISO 6486-1:1981), que ha sido revisada técnicamente.

La presente revisión se ha actualizado los procedimientos técnicos y contiene límites permisibles para la emisión de metal de acuerdo con límites regulatorios actuales de los principales mercados y en armonía con muchas normas regionales o nacionales.

La ISO 6486 consta de las siguientes partes, bajo el título general *Artículos de cerámica, artículos vitrocerámicos y vajillas de vidrio en contacto con alimentos - Emisión de plomo y cadmio* –

- *Parte 1: Método de ensayo*
- *Parte 2: Límites permisibles*

Introducción

La liberación de plomo y cadmio de las superficies de cerámica y vidrio, es un tema que requiere medios eficaces de control para garantizar la protección de la población frente a los posibles riesgos derivados del uso inadecuado ya sea en la formulación y/o procesado de la cerámica, vitrocerámica y vidrio para artículos que van a ser utilizados para la preparación, entrega y almacenamiento de alimentos y bebidas. Como una consideración secundaria, se indica que los requisitos difieren de país a país para el control de la liberación de materiales tóxicos de las superficies de artículos cerámicos, constituyen barreras no arancelarias para el comercio internacional en estos productos. En consecuencia, hay una necesidad de mantener métodos internacionalmente aceptados de los ensayos de liberación de plomo y cadmio de los artículos, y definir los límites permisibles para la liberación de estos metales pesados.

Los límites para la liberación de plomo y cadmio, se especifican en esta parte de ISO 6486, estos no están destinados a ser considerados como la máxima cantidad de estos metales a los que la exposición puede ser considerada como segura. Son niveles coherentes con las buenas prácticas de manufactura en las industrias respectivas, armonizan los niveles de regulación en los principales mercados mundiales y reflejan un objetivo general de reducir la exposición total a estos metales.

Artículos de cerámica, artículos vitrocerámicos y vajillas de vidrio en contacto con alimentos - Emisión de plomo y cadmio – Parte 1: Método de ensayo

1 Objeto y campo de aplicación

Esta parte de ISO 6486 especifica un método de ensayo para la determinación de la emisión de plomo y cadmio en artículos cerámicos, vitrocerámicos y artículos de vidrio destinados a ser utilizados en contacto con alimentos, pero con exclusión de artículos de porcelana esmaltados.

Esta parte de ISO 6486 es aplicable a los artículos cerámicos, artículos vitrocerámicos y vajillas de vidrio que pretenden ser utilizados para preparar, cocinar, servir y almacenar alimentos y bebidas, excepto los artículos utilizados en las industrias de producción de alimentos, o aquellos en los que se venden comida.

2 Referencias normativas

Los siguientes documentos normativos contienen disposiciones que, mediante su referencia en este texto, constituyen disposiciones de esta parte de ISO 6486. Para las referencias fechadas, las modificaciones posteriores, o las revisiones, de la citada publicación no se aplican. Sin embargo, los participantes, mediante acuerdos basados en esta parte de la norma ISO 6486 pueden investigar la posibilidad de aplicar las ediciones más recientes de los documentos normativos indicados a continuación. Para referencias sin fecha, aplica la última edición del documento normativo. Los miembros de IEC e ISO mantienen registros de las Normas Internacionales vigentes.

ISO 385-2:1984, *Material de vidrio para laboratorio - Buretas - Parte 2: Buretas para los que no se especifica el tiempo de espera*

ISO 648:1977, *Material de vidrio para laboratorio - Pipetas con una línea de enrase.*

ISO 1042:1998, *Material de vidrio para laboratorio - Matraces aforados con una línea de enrase.*

ISO 3585:1998, *Vidrio de borosilicato 3.3 - Propiedades*

ISO 3696:1987, *Agua para uso en análisis de laboratorio - Especificación y métodos de ensayo*

3 Términos y definiciones

3.1

espectrometría de absorción atómica (AAS)

método espectroanalítico para la determinación cualitativa y la evaluación cuantitativa de las concentraciones de elementos. Esta técnica determina estas concentraciones mediante la medición de la absorción atómica de los átomos libres

3.2

absorción atómica

absorción de radiación electromagnética de átomos libres en la fase gaseosa, donde se obtiene un espectro de líneas específico para los átomos que absorben la radiación

3.3

técnica de encuadramiento

método analítico que consiste en encuadrar la absorción medida, o leída por la máquina para la muestra, entre dos mediciones hechas sobre soluciones de calibración de concentraciones próximas dentro del intervalo de trabajo óptimo

3.4

función de calibración

función que relaciona las lecturas del instrumento de absorción atómica, ya sea en la absorción u otro parámetro de la máquina, con la concentración de plomo o cadmio que generó la lectura del instrumento

3.5

artículo de cerámica

artículo de cerámica que está destinado a ser utilizado en contacto con productos alimenticios, por ejemplo, porcelana, sean barnizado o no

3.6

utensilios de cocina

artículo para alimentos, destinado específicamente para ser calentado en el proceso de preparación de alimentos y bebidas por métodos térmicos convencionales y por microondas

3.7

vajilla

objeto especialmente destinado a la porción de comida en la mesa, incluyendo platos, fuentes y ensaladeras, pero excluyendo los artículos volumétricos típicamente utilizados para bebidas, tales como copas y botellas para licores

3.8

método directo de determinación

método analítico que consiste en insertar la absorción medida o la lectura de la máquina en la función de calibración y la deducción de la concentración de la muestra que se va a someter al ensayo

3.9

borde

sección de la superficie externa de un recipiente de bebida de 20 mm, medida desde el filo a lo largo de la pared del recipiente

3.10

solución de extracción

ácido acético, 4 % (V/V), recuperado después del ensayo de extracción, que se analiza para la concentración de plomo y cadmio

3.11

espectrometría de absorción atómica de llama (FAAS)

espectrometría de absorción atómica que utiliza una llama para crear átomos libres de la muestra en la fase gaseosa

3.12

vajilla plana

de cerámica o de vidrio que tiene una profundidad interna no superior a 25 mm, medida desde el punto más bajo con respecto al plano horizontal que pasa por el borde superior de la vajilla

3.13

artículos para alimentos

artículos que están destinados a ser utilizados para preparar, cocinar, servir y almacenar alimentos o bebidas

3.14

vitrocerámica

material inorgánico producido por la fusión completa de las materias primas a altas temperaturas hasta obtener un líquido homogéneo que luego se enfría hasta su estado rígido y temperatura determinada de tal manera que produzca un cuerpo micro-cristalino

3.15

vidrio

material inorgánico producido por la fusión completa de las materias primas a alta temperatura hasta obtener un líquido homogéneo que se enfría hasta su estado rígido, esencialmente, sin cristalización

NOTA El material puede ser transparente, de color, u opaco, dependiendo del nivel de colorantes y agentes opacificantes utilizados.

3.16

vajilla honda

artículo de cerámica que tiene una profundidad interna mayor que 25 mm, medida desde el punto más bajo con respecto al plano horizontal que pasa por el borde superior del artículo. Las vajillas hondas se subdividen en tres categorías basadas en el volumen:

- pequeña: vajilla honda con una capacidad < 1,1 L;
- grande: vajilla honda con una capacidad \geq 1,1 L;
- almacenamiento: vajilla honda con una capacidad \geq 3 L;
- tazas y jarros: vajilla de cerámica honda pequeña de uso común para el consumo de bebidas, por ejemplo, el café o el té a temperatura elevada.

NOTA Tazas y jarros son recipientes de capacidad aproximada de 240 ml con asa. Las tazas típicamente tienen lados curvados mientras que los tazones tienen lados cilíndricos.

3.17

intervalo óptimo de trabajo

intervalo de concentraciones de la muestra a ensayar en la cual la relación entre la absorción y la concentración es prácticamente lineal

3.18

área de superficie de referencia

área que está destinada a entrar en contacto con productos alimenticios en uso normal

3.19

solución de ensayo

solución usada en el ensayo para extraer el plomo y el cadmio del artículo [ácido acético, 4 % (V/V)]

3.20

artículo enlozado

artículo metálico cubiertos con una capa inorgánica vítrea adherida por fusión a temperaturas superiores a 500 °C

4 Principio

Las superficies sometidas a ensayo se ponen en contacto con una solución de ácido acético 4 % (V/V) durante 24 h a (22 ± 2) °C para extraer el plomo y/o el cadmio de las superficies de los artículos que constituyen las muestras para ensayo.

La cantidad de plomo o cadmio extraído se determina mediante espectrometría de absorción atómica de llama. En ensayos de rutina pueden usarse otros métodos de ensayo equivalentes.

5 Reactivos y materiales

5.1 Reactivos

Todos los reactivos deben ser de grado analítico reconocido. Se usa agua destilada o agua de pureza equivalente (agua grado 3 según los requisitos de ISO 3696).

5.1.1 Ácido acético glacial, (CH_3COOH), glacial, $\rho = 1,05 \text{ g/mL}$.

5.1.2 Solución de ensayo de ácido acético, solución 4 % (V/V)

Añadir 40 mL de ácido acético (5.1.1) en agua destilada, y diluir hasta 1 L. Esta solución debe prepararse en el momento de su uso. Pueden prepararse cantidades mayores proporcionalmente.

5.1.3 Solución madre de plomo

Preparar soluciones madre que contengan $1\ 000 \text{ mg/L} \pm 1 \text{ mg/L}$ de plomo en la solución de ensayo (5.1.2). Alternativamente, pueden usarse soluciones estandarizadas de plomo disponibles en el mercado, apropiadas para el análisis mediante AAS.

5.1.4 Solución madre de cadmio

Preparar soluciones madre que contengan $1\ 000 \text{ mg/L} \pm 1 \text{ mg/L}$ de cadmio en la solución de ensayo (5.1.2). Alternativamente, pueden usarse soluciones estandarizadas de cadmio disponibles en el mercado, apropiadas para el análisis mediante AAS.

5.1.5 Solución patrón de plomo

Diluir la solución madre de plomo en diez partes, con la solución de ensayo (5.1.2) para producir una solución patrón de plomo con 100 mg/L Pb , o $0,1 \text{ g}$ de plomo por litro.

5.1.6 Solución patrón de cadmio

Diluir la solución madre de cadmio por cien partes, con la solución de ensayo (5.1.2) para producir una solución patrón de cadmio con 10 mg/L Cd , o $0,01 \text{ g}$ de cadmio por litro.

NOTA 1 Las soluciones patrón pueden conservarse adecuadamente en contenedores herméticos, (por ejemplo, de polietileno) durante 4 semanas, sin que pierdan sus cualidades. Los contenedores pueden ser llenados con una nueva solución patrón y dejar reposar durante 24 h. La solución envejecida es descartada.

NOTA 2 Usar pipetas de vidrio aforadas o pipetas de pistón de precisión con una marca fija, normalmente de $1\ 000 \mu\text{L}$ y $500 \mu\text{L}$, y recipientes de vidrio apropiados (por ejemplo, de 500 mL a $2\ 000 \text{ mL}$) para preparar soluciones de calibración adecuadas mediante la disolución de las soluciones patrón (5.1.5 y 5.1.6) con la solución de ensayo (5.1.2). Mantener las soluciones en contenedores apropiados. Renovar las soluciones cada cuatro semanas.

5.2 Materiales

5.2.1 Cera de parafina, con alto punto de fusión.

5.2.2 Agente de lavado, detergente lavavajillas no ácido para lavado manual, no ácido, disponible en el mercado a la dilución recomendada por el fabricante.

5.2.3 Sellador de silicona, capaz de formar una cinta de sellado de aproximadamente de 6 mm de diámetro. Este sellador no debe filtrar el ácido acético, cadmio o plomo a la solución de ensayo (5.1.2).

6 Equipos

6.1 Espectrómetro de absorción atómica

Espectrómetro de absorción atómica equipado con fuentes de luz (lámparas de descarga sin electrodos o de cátodo hueco) específicas para plomo y cadmio, con instrumental para corrección de fondo y una pequeña ranura (de unos 100 mm) para la cabeza del quemador. Puede ser utilizado un lector digital de concentraciones. Usar la llama de aire-acetileno con las condiciones de funcionamiento recomendadas por el fabricante del instrumento. Usando estas condiciones, la concentración característica (concentración que da una absorción de 0,004 4) debe ser aproximadamente de 0,2 mg/L ($\pm 20\%$) para el Pb medido a 217 nm. La concentración característica debería ser aproximadamente de 0,02 mg/L ($\pm 20\%$) para el Cd medido a 222,8 nm.

NOTA Cuando proceda, una longitud de onda de 283,3 nm puede ser usada para la confirmación analítica de plomo.

6.2 Accesorios

6.2.1 Artículos diversos de vidrio, según se requiera, de vidrio borosilicato como se especifica en ISO 3585.

6.2.2 Bureta, de 25 ml de capacidad, graduada con divisiones de 0,05 mL, conforme a la ISO 385-2, clase B o superior.

6.2.3 Tapas para los artículos sometidos a ensayo, como por ejemplo, lunas de reloj, placas de Petri de varios tamaños, los cuales deben ser de color ámbar, si no se dispone de un cuarto oscuro.

6.2.4 Pipetas aforadas con una línea de enrase, de 10 mL y 100 mL de capacidad, conformes a la ISO 648, clase B o superior. Pueden ser necesarias otras capacidades.

6.2.5 Matraces volumétricos aforados con una línea de enrase, de 100 mL y 1 000 mL de capacidad, conformes a la ISO 1042, clase B o superior. Pueden ser necesarias otras capacidades.

6.2.6 Pipetas con pistón de precisión, con una marca fija, normalmente de 1 000 μ L y 500 μ L.

6.2.7 Regla de precisión y medidor de profundidad calibrada en milímetros.

7 Toma de muestras

7.1 Prioridad

Al seleccionar las muestras a partir de un lote mixto de vajilla, tendrán preferencia los artículos que tienen la relación más alta de área/volumen dentro de cada categoría. Los artículos que son altamente coloreados o decorados en sus superficies en contacto con alimentos se deben considerar especialmente para el muestreo.

7.2 Tamaño de la muestra

Es deseable desarrollar un sistema de control de la toma de muestras apropiado a las circunstancias. En ningún caso se deben realizar las mediciones a menos de cuatro artículos. Todos los artículos deben ser idénticos en tamaño, forma, color y decoración.

7.3 Preparación y conservación de las muestras para ensayo

Las muestras de vajilla deben estar limpias y libres de grasas u otras sustancias que puedan afectar al ensayo. Lavar brevemente los artículos a una temperatura de 40 °C, con una solución que contenga un agente de lavado no-ácido. Enjuagar con agua del grifo y después con agua destilada o de pureza equivalente. Escurrir y secar en una estufa o frotando con un trozo nuevo de papel filtro.

No utilizar ninguna muestra que presente manchas residuales. Después de la limpieza, no se deben tocar las superficies a ensayar.

Si un área de la superficie de la muestra no está destinada a entrar en contacto con los alimentos en su uso normal, aparte del interior de la tapa, cubrir esta área después del lavado inicial y del secado con una capa protectora, de cera de parafina o silicona, la cual debe resistir al efecto de la solución de ensayo y no liberar niveles perceptibles de plomo o cadmio a la solución de ensayo.

8 Procedimiento

8.1 Determinación de la superficie de referencia para vajilla plana

Colocar un artículo en una hoja de papel liso y trazar un contorno alrededor del borde. Determinar el área encerrada por un medio adecuado. Un método recomendado es recortar y pesar el área cerrada y determinar el área por comparación del peso con el peso de una hoja rectangular de área conocida. Registrar esta área, S_R , en decímetros cuadrados con dos decimales. Para los artículos circulares, puede calcularse la superficie de referencia del diámetro del artículo.

8.2 Preparación de artículos que no pueden ser llenados

Los artículos son normalmente llenados dentro de 6 mm del borde superior, medido a lo largo de la parte inclinada de la vajilla plana, o dentro de 1 mm del borde medido verticalmente para vajillas hondas. Los artículos que no pueden ser llenados de esta forma para producir en el punto más profundo de al menos 5 mm se definen como no llenables. Los artículos de este tipo pueden ser probados por uno de los siguientes métodos.

- a) Artículos patrones pueden ser colocados en un molde de caucho de silicona que forma un sello hermético con el artículo y que invade no más de 6 mm para el borde y forma una profundidad de al menos 5 mm pero no más de 25 mm. Muestras preparadas de esta manera son ensayadas como vajillas planas llenables.
- b) Un sellador de silicona puede estar formado alrededor del borde del artículo para permitir el llenado de los artículos a una profundidad de no menos de 5 mm pero no más que 25 mm. El cordón debe invadir no más de 6 mm para el borde del artículo. Muestras preparadas de esta manera son ensayadas como vajillas planas llenables.
- c) El artículo puede ser cubierto en todas las superficies excepto la superficie de referencia con cera de parafina derretida y posteriormente ensayadas por inmersión en la solución de prueba. Muestras preparadas de esta manera son ensayadas como vajillas planas llenables.

8.3 Extracción

8.3.1 Temperatura de extracción

Llevar a cabo la extracción a una temperatura de (22 ± 2) °C. Cuando se va a determinar cadmio, la extracción debe realizarse en la oscuridad.

8.3.2 Lixiviación

8.3.2.1 Artículos que se pueden llenar

Llenar cada muestra con la solución de ensayo (5.1.2), a 1 mm del borde superior medido verticalmente para vajillas hondas o 6 mm para borde superior medido a lo largo de la superficie de los artículos planos. Para las determinaciones de las vajillas planas, medir y registrar el volumen de ácido acético, 4%, usado en el llenado. Cubrir la muestra. Lixiviar por $24 \text{ h} \pm 30 \text{ min}$.

8.3.2.2 Artículos que no se pueden llenar

Estos artículos, que han sido cubiertos con cera de parafina de acuerdo con 8.2 c), son colocados en un recipiente adecuado, tal como en un vidrio borosilicato de tamaño adecuado y se agrega la solución de ensayo (5.1.2) en cantidad suficiente para cubrir completamente la muestra. Registrar la cantidad de ácido acético añadido con una precisión del 2 %. Lixiviar por 24 h \pm 30 min.

8.3.3 Toma de muestras de la solución de extracción para el análisis

Antes de la toma de muestras, mezclar la solución de extracción por agitación o con otro método apropiado que evite la pérdida de la solución de la extracción o la abrasión de la superficie. Eliminar una cantidad suficiente de solución de extracción con la pipeta y transferirla a un recipiente de almacenamiento adecuado.

Analizar la solución de extracción tan pronto como sea posible, ya que hay riesgo de adsorción de plomo o cadmio sobre las paredes del recipiente de almacenamiento, particularmente cuando el Pb y el Cd están presentes en concentraciones bajas.

8.4 Borde y otros ensayos especiales

Las tazas deben ser ensayadas mediante el marcado de cuatro líneas de 20 mm por debajo del borde exterior. Cada taza es colocada de forma invertida en un recipiente de vidrio para laboratorio adecuando con un diámetro entre 1,25 y 2 veces del diámetro de la taza. Agregar suficiente ácido acético al 4 % al recipiente de vidrio hasta la marca de 20 mm en la taza. Dejar reposar durante 24 h a (22 ± 2) °C (en la oscuridad para las determinaciones de cadmio) y proteger de la evaporación excesiva. Antes del muestreo, en el lixiviado agregar ácido acético al 4 % en el recipiente de vidrio hasta llegar al nivel de 20 mm. Determinar el plomo y cadmio por AAS y reportar los resultados en miligramos por artículo.

NOTA Este procedimiento es opcional para evaluar los bordes.

8.5 Calibración

Ajustar el espectrómetro de absorción atómica (6.1) según las instrucciones del fabricante, usando longitudes de onda de 217 nm para la determinación del plomo, y de 228,8 nm para la determinación del cadmio, con una corrección apropiada para los efectos de absorción del fondo.

NOTA Cuando sea apropiado, una longitud de onda de 283,3 nm puede ser usada para la confirmación analítica del plomo.

Succionar la concentración cero del conjunto de soluciones de calibración y ajustar a cero. Succionar las soluciones de calibración, preparadas por dilución de la solución estándar con la solución de ensayo (5.1.2) y preparar las curvas de calibración para un intervalo lineal. Se sugieren los siguientes intervalos:

0,5 mg/L Pb – 10 mg/L Pb

0,05 mg/L Cd – 0,5 mg/L Cd

8.6 Determinación de plomo y cadmio

Ajustar el espectrómetro según lo descrito anteriormente. Succionar el agua destilada y después el ácido acético al 4 % y verificar que la absorción es cero. Succionar la solución de extracción, mezclada con la solución de ensayo (5.1.2) y registrar los valores de la absorción de las soluciones de extracción.

Si la concentración de plomo de la solución de extracción es superior a 10 mg/L, diluir una alícuota con solución de ensayo (5.1.2) para reducir la concentración a menos de 10 mg/L.

Para la determinación del cadmio se realizan las mismas consideraciones.

9 Expresión de resultados

9.1 Técnica de encuadramiento

La concentración de plomo o cadmio, ρ_0 , expresada en miligramos por litro de la solución de extracción, está dada por la fórmula:

$$\rho_0 = \left[\left(\frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1} \right) (\rho_2 - \rho_1) + \rho_1 \right] d$$

donde

A_0 es la absorbancia del plomo o del cadmio en la solución de extracción;

A_1 es la absorbancia del plomo o del cadmio en la solución de encuadramiento menos concentrada;

A_2 es la absorbancia del plomo o del cadmio en la solución de encuadramiento más concentrada;

ρ_1 es la concentración de plomo o cadmio, en miligramos por litro, en la solución de encuadramiento menos concentrada;

ρ_2 es la concentración de plomo o cadmio, en miligramos por litro, en la solución de encuadramiento más concentrada.

NOTA. Si se ha diluido la solución de extracción, se usa en la fórmula un factor de corrección apropiado, d .

9.2 Técnica de la curva de calibración

Leer la concentración de plomo o cadmio directamente en la curva de calibración.

9.3 Cálculo de la liberación de plomo y cadmio para artículos planos

La liberación de plomo y cadmio por unidad de área para artículos planos, R_0 , expresada en miligramos por decímetro cuadrado, está dada por la siguiente fórmula

$$R_0 = \frac{\rho_0 \times V}{S_R}$$

donde

ρ_0 es la concentración de plomo y cadmio, expresada en miligramos por litro, de solución de extracción de la muestra;

V es el volumen de llenado de la muestra, expresado en litros;

S_R es el área de la superficie de referencia del artículo, expresada en decímetros cuadrados.

Para los artículos hondos, reportar el resultado lo más cercano a 0,1 mg de plomo por litro y 0,01 mg de cadmio por litro.

Para artículos planos, reportar el resultado lo más cercano a 0,1 mg de plomo por decímetro cuadrado y 0,01 mg de cadmio por decímetro cuadrado. También reportar la concentración de plomo y cadmio en la solución de lixiviación lo más cercano a 0,1 mg de plomo por litro y 0,01 mg de cadmio por litro.

10 Reproducibilidad y variabilidad

En la medición de la liberación de plomo y cadmio en vajillas cerámicas se producen errores de reproducibilidad y variabilidad en la toma de muestras. El material que se presenta en esta sección es de interés científico y tecnológico, pero no es de valor normativo o legal en el contexto de esta parte de la norma ISO 6486.

10.1 Reproducibilidad

En la medición analítica de las concentraciones de plomo y cadmio se producen tres tipos de errores. En la tabla 1 se listan estos errores indicando el valor de la desviación estándar para cada uno de ellos [4].

TABLA 1 - Fuentes de variación en la determinación analítica de Pb y Cd

1	Fuente de variación	Desviación estándar, determinación de Pb mg/L	Desviación estándar, determinación de Cd mg/L
2	Análisis, dentro del laboratorio	0,04	0,004
3	Análisis, entre laboratorios	0,06	0,007
4	Laboratorio x interacción de la muestra	0,06	0,01
5	Reproducibilidad	0,094	0,012

El término interacción estadística, fila 4 de la tabla 1, refleja que el error de las diferencias en los análisis de la muestra es el mismo de laboratorio a laboratorio. Se puede encontrar una discusión detallada en textos estadísticos elementales que tratan los métodos del análisis de la varianza (ANOVA). La reproducibilidad es la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de las desviaciones estándar de las tres fuentes de variación.

10.2 Variabilidad

La reproducibilidad analítica es muy buena en comparación con la variabilidad intrínseca del comportamiento de las extracciones de superficies de vidrio y cerámica. Esta variabilidad, llamada variabilidad de la toma de muestras, es en gran medida la mayor fuente de error experimental. Moore^[5] ha demostrado que el coeficiente de variabilidad para la liberación de plomo y cadmio para muestras grandes es típicamente 60 %. Por lo tanto, el verdadero valor medio de liberación de plomo para una gran población debe ser de aproximadamente 0,58 mg/L, para evitar que una de las cuatro muestras de ensayo sobrepase un límite de 2 mg/L en 1 de cada 10 000 veces. La tabla 2 ilustra el efecto de la media de la población y los valores de desviación en la probabilidad de que 1 de cada 4 o 1 de cada 6 muestras exceda un valor límite de 2 mg/L.

Tabla 2 - Las probabilidades de sobrepasar el límite de 2 mg/L

Media de la población	Desviación estándar de la población	Probabilidad de 1 en 4 > 2 mg/L	Probabilidad de 1 en 6 > 2 mg/L
0,4	0,24	< 0,000 01	< 0,000 01
0,8	0,48	0,138 26	0,200 05
1,2	0,72	0,758 36	0,881 22
0,4	0,12	< 0,000 01	< 0,000 01
0,8	0,24	0,000 02	0,000 04
1,2	0,36	0,325 68	0,446 27

CON LICENCIA DE USO PARA ASIAMBUSINESS DEL ECUADOR S.A., POR INEN
 NÚMERO DE ORDEN: 001 - 005 - 000119725 © ISO 1999. Todos los derechos reservados
 AUTORIZACIÓN A USUARIO ÚNICO, PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN © INEN 2015

11 Informe de ensayo

El informe de ensayo debe incluir la siguiente información:

- a) referencia de esta parte de la ISO 6486, por ejemplo, ISO 6486-1;
- b) identificación de la muestra, incluyendo tipo, origen y destino;
- c) el área de superficie o área de superficie de referencia y el volumen de llenado o el volumen de contacto para artículos que no se pueden llenar y las muestras ensayadas;
- d) número de muestras ensayadas;
- e) resultados del ensayo expresados como valores individuales para cada muestra y valor medio por grupos de muestras de ensayo. Los valores del ensayo para vajillas hondas serán reportados con una precisión lo más cercana a 0,1 mg de plomo por litro y 0,01 mg de cadmio por litro. Los valores del ensayo para vajillas planas serán reportados con una precisión lo más cercana a 0,1 mg/dm² de plomo y 0,01 mg/dm² de cadmio.

NOTA Como una información suplementaria, la concentración de las soluciones para ensayo en artículos planos se debe incluir y reportar lo más cercana a 0,1 g/L de plomo y 0,01 mg/L de cadmio.

- f) cualquier circunstancia particular que se produzca durante la determinación;
- g) cualquier ensayo opcional no incluido en esta parte de ISO 6486.

Bibliografía

- [1] ISO 4788:1980, *Laboratory glassware — Graduated measuring cylinders*.
- [2] ISO 8655-2¹⁾, *Piston and/or plunger operated volumetric apparatus (POVA) — Part 2: Singlechannel pipettors*.
- [3] ISO 8655-4¹⁾, *Piston and/or plunger operated volumetric apparatus (POVA) — Part 4: Burettes*.
- [4] ASTM Standard Test Method for Lead and Cadmium Extraction from Glazed Ceramic Surfaces, C738-94. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1994.
- [5] MOORE F. *Trans. J. Brit. Ceram. Soc.* Vol. **76** (3) 1977, pp. 52-57.
- [6] BURKE Francis M. Leachability of lead from commercial glazes. *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **6** [11-12] p. 1394 (1985).
- [7] McCAULEY Ronald A. Release of lead and cadmium from ceramic foodware decorations, *Glass Technol.*, **23** [N 2] pp. 101-105 (1982).
- [8] CARR Dodd S., COLE Jerome F. and McLAREN Malcolm G. Ceramic foodware safety: III, Mechanisms of release of lead and cadmium *Ceramica* (Sao Paulo), **28** [N 148] pp. 151-155 (1982).
- [9] FREY Emmo and SCHOLZE Horst. Lead and cadmium release from fused colors, glazes, and enamels in contact with acetic acid and food under the influence of light. *Ber. Dtsch. Keram. Ges.*, **56** (10) pp. 293-297 (1979).
- [10] 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).
- [11] WHO/Food Additives 77.44. *Ceramic Foodware Safety, Sampling, Analysis and Limits for Lead and Cadmium Release* (Report of a WHO Meeting, Geneva 8-10 June 1976).
- [12] *Proceedings, International Conference on Ceramic Foodware Safety*. pp. 8-17, 1975, Lead Industries Association Inc., 292 Madison Avenue, New York, NY 10017, USA.
- [13] WHO Food Additives Series No. 4, 1972.
- [14] WHO Technical Report Series No. 505, 1972.

¹⁾ En elaboración.

INFORMACIÓN COMPLEMENTARIA

Documento: NTE INEN-ISO 6486-1	TÍTULO: ARTÍCULOS DE CERÁMICA, ARTÍCULOS VITROCERÁMICOS Y VAJILLA DE VIDRIO EN CONTACTO CON ALIMENTOS - EMISIÓN DE PLOMO Y CADMIO - PARTE 1: MÉTODO DE ENSAYO (ISO 6486-1:1999, IDT)	Código ICS: 81.060.20; 81.040.30; 67.250; 97.040.60
---	--	--

ORIGINAL: Fecha de iniciación del estudio: 2014-07-01	REVISIÓN: La Subsecretaría de la Calidad del Ministerio de Industrias y Productividad aprobó este proyecto de norma Oficialización con el Carácter de por Resolución No. publicado en el Registro Oficial No. Fecha de iniciación del estudio:
--	---

Fechas de consulta pública: 2014-08-04 a 2014-10-02

Comité Técnico de: Cerámicas. Sección B

Fecha de iniciación: 2014-11-19

Fecha de aprobación: 2014-12-10

Integrantes del Comité:

NOMBRES:

INSTITUCIÓN REPRESENTADA:

Ing. Juan Ordoñez (Presidente)
Ing. Patricio Panguay
Sr. Antonio Andrade
Sr. Álvaro Crespo
Ing. José Miguel Neira
Ing. Fernando Calle
Ing. Carlos Corral
Ing. Damián Flores
Ing. Rafael Sánchez
Ing. Laura Zalamea
Ing. Ítalo Orellana
Ing. Fernanda Banegas S. (Secretaria Técnica)

Graiman
Hormicroto Cía. Ltda.
Artesa Cía Ltda.
Artesa Cía Ltda.
Cerámica Andina C. A.
Ministerio de Industrias y Productividad
Pegacer
CESEMIN
Servicio Ecuatoriano de Normalización
Servicio Ecuatoriano de Normalización
Cerámicas Rialto
Servicio Ecuatoriano de Normalización

Otros trámites:

La Subsecretaría de la Calidad del Ministerio de Industrias y Productividad aprobó este proyecto de norma

Oficializada como: Voluntaria
Registro Oficial No. 539 de 2015-07-09

Por Resolución No. 15204 de 2015-06-10

Servicio Ecuatoriano de Normalización, INEN - Baquerizo Moreno E8-29 y Av. 6 de Diciembre
Casilla 17-01-3999 - Telfs: (593 2)2 501885 al 2 501891
Dirección Ejecutiva: E-Mail: direccion@normalizacion.gob.ec
Dirección de Normalización: E-Mail: consultanormalizacion@normalizacion.gob.ec
Dirección Zonal Guayas: E-Mail: inenguayas@normalizacion.gob.ec
Dirección Zonal Azuay: E-Mail: inencuenca@normalizacion.gob.ec
Dirección Zonal Chimborazo: E-Mail: inenriobamba@normalizacion.gob.ec
[URL:www.normalizacion.gob.ec](http://www.normalizacion.gob.ec)

CON LICENCIA DE USO PARA ASIAMBUSINESS DEL ECUADOR S.A., POR INEN
NÚMERO DE ORDEN: 001 - 005 - 000119725 / DESCARGADO: 2019-06-18
AUTORIZACIÓN A USUARIO ÚNICO, PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN