

Fuente :Diario Oficial de la Federación

NOM-009-SSA1-1993

NORMA OFICIAL MEXICANA, SALUD AMBIENTAL. CERÁMICA VIDRIADA. MÉTODOS DE PRUEBA PARA LA DETERMINACIÓN DE PLOMO Y CADMIO SOLUBLES.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Salud.

FILIBERTO PEREZ DUARTE, Director General de Salud Ambiental, por acuerdo del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, con fundamento en los artículos 39 de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 38, fracción II, 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 8o. fracción IV y 25 fracción V del Reglamento Interior de la Secretaría de Salud, y

CONSIDERANDO

Que con fecha 29 de septiembre de 1993, en cumplimiento de lo previsto en el artículo 46 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, la Dirección General de Salud Ambiental presentó al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, el anteproyecto de la presente Norma Oficial Mexicana.

Que con fecha 12 de noviembre de 1993, en cumplimiento del acuerdo del Comité y de lo previsto en el artículo 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, se publicó en el Diario Oficial de la Federación el proyecto de la presente Norma Oficial Mexicana a efecto que dentro de los siguientes noventa días naturales posteriores a dicha publicación, los interesados presentaran sus comentarios al Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario.

Que en fecha previa, fueron publicadas en el Diario Oficial de la Federación las respuestas a los comentarios recibidos por el mencionado Comité, en términos del artículo 47 fracción III de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización.

Que en atención a las anteriores consideraciones, contando con la aprobación del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, se expide la siguiente:

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-009-SSA1-1993, "SALUD AMBIENTAL. CERAMICA VIDRIADA. METODOS DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE PLOMO Y CADMIO SOLUBLES".

1 Objetivo y campo de aplicación

Esta Norma Oficial Mexicana establece los métodos de prueba para determinar el plomo y el cadmio liberados, de los vidriados de los artículos cerámicos o de sus vidriados decorados, por medio de espectrofotometría de absorción atómica.

Este método se aplica a los artículos cerámicos destinados a preparar, cocinar, servir o almacenar alimentos o bebidas, cuyo vidriado se presente en cualquiera de sus variedades, pudiendo estar decorado o no, apareciendo éste bajo o sobre el vidriado y en el interior o exterior de las piezas o en ambas superficies.

2 Referencias

Norma Oficial Mexicana-P-72. "Industria del vidrio. Artículos de vidrio y cerámica para servicio de mesa. Límites de plomo y cadmio".

NOM-010-SSA1-1993. "Salud Ambiental. Artículos de cerámica vidriados. Límites de plomo y cadmio solubles".

NOM-Z-12/2-1987. "Muestreo para la inspección por atributos. Parte 2:Métodos de muestreo, tablas y gráficas".

3 Método de prueba

a) Principio

Se simulan condiciones de uso extremo, cuyos resultados conferirán un amplio margen de seguridad en el empleo de artículos cerámicos vidriados.

El plomo y el cadmio son extraídos por lixiviación con ácido acético al 4%, se cuantifican por espectrofotometría de absorción atómica con lámpara de cátodo hueco o de descarga de electrodos específicos para plomo y cadmio.

b) Reactivos

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico y cuando se hable de agua debe entenderse como agua desionizada, a menos que se indique otra cosa.

- Ácido acético al 4% (v/v).
Mezclar un volumen de ácido acético glacial (densidad = 1.05 g/ml) con 24 volúmenes de agua.
- Solución de nitrato de plomo (1000 ppm de Pb).

- Disolver 1.5984 g de Pb (NO₃)₂ en ácido acético al 4% y aforar con éste a un litro.
- Soluciones patrón de plomo
 - Diluir la solución de nitrato de plomo con ácido acético al 4% para obtener soluciones que tengan una concentración de 0, 1, 3, 5, 10, y 15 ppm de plomo. Esta solución debe prepararse el mismo día que se use.
- Ácido clorhídrico (1% m/m).
 - Mezclar un volumen de ácido clorhídrico concentrado (densidad 1.19 g/ml) con 37 volúmenes de agua.
- Solución de sulfato de cadmio (1000 ppm de cadmio).
 - Disolver 0.9273 g de sulfato de cadmio anhidro en 250 ml de ácido clorhídrico al 1% y aforar a 500 ml con el mismo.
- Solución patrón de cadmio.
 - Diluir la solución de sulfato de cadmio con ácido acético al 4% para obtener soluciones que tengan una concentración de 0.0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.5 y 1.0 ppm de cadmio.
- Detergente alcalino.
 - Disolver 15.0 g de detergente alcalino en 3.8 L de agua corriente.

c) Aparatos

Espectrofotómetro de absorción atómica equipado con una ranura sencilla de 102 mm (4 in) con una sensibilidad de 0.5 ppm (mg/L) de plomo para una absorción de 1%.

Lámpara de cátodo hueco ajustado a 283.3 nanómetros (nm) para determinar el plomo y una lámpara de cátodo hueco ajustado a 228.8 nanómetros (nm) para determinar cadmio. Pueden ser usadas lámparas de descarga de electrodos.

- Material común de laboratorio, vidrio borosilicato.
- Parrilla térmica con agitación magnética.

d) Preparación de las muestras

- Lavar las piezas con el detergente alcalino y enjuagar con agua corriente.
- Enjuagar con agua desionizada, escurrir y secar en horno o con papel filtro limpio.
- Guardar la muestra en un ambiente libre de contaminación por partículas aéreas.

e) Procedimiento

- Cuando el vidriado de las superficies interiores de los artículos cerámicos, es la que estará en contacto con los alimentos y bebidas; y los artículos recreativos vidriados en su interior, cuya superficie vidriada sea susceptible de entrar en contacto con labios y lengua de las personas.
- Llenar cada pieza con ácido acético al 4% hasta 7 mm antes que se derrame el líquido, medir la distancia a lo largo de la superficie de la pieza (no debe medirse la distancia vertical), véase figuras 1, 2, 3 y 5, anotar el volumen de cada pieza. Cubrir cada pieza con un vidrio plano, para evitar la evaporación. Dejar reposar a una temperatura de $22 \pm 2^\circ\text{C}$, durante 24 horas y protegidas de la luz.
- Ajustar el volumen de solución después de las 24 horas con ácido acético al 4%. Agitar la muestra del líquido de extracción y colocar una porción en un matraz limpio.
- Cuando el vidriado de la superficie exterior se encuentra decorado a una distancia menor de 2.0 cm del borde superior del artículo cerámico, es decir dentro de la superficie de contacto con los labios y lengua, cuando el vidriado exterior se presenta en los artículos recreativos.
- Medir la capacidad interior con agua, hasta 7 mm antes de llegar al borde superior de la pieza, véase figuras 3 y 5 (considerar esta distancia siguiendo la superficie interior de la pieza hasta el menisco formado en la orilla), anotar el volumen de cada pieza. Hacer una marca en la superficie exterior del objeto a 2 cm del borde. Colocar la muestra invertida dentro de un recipiente de vidrio borosilicato que tenga cuando menos de 1.5 a 2 veces el diámetro del espécimen a probar, (Véase figuras 4 y 6).
- Introducir al recipiente de vidrio la solución de ácido acético al 4% con una probeta graduada, hasta que alcance el nivel de la marca (a 2 cm del borde de la muestra), anotar el volumen de solución necesaria y dejar reposar por 24 horas a temperaturas de 20 a 25°C , cubrir con una tapa para evitar evaporación, así como para proteger de contaminación por partículas aéreas, ya que bajará el nivel de los 2.0 cm. Si acaso la solución se evapora, reponerla con la frecuencia necesaria para mantener el nivel, con ácido acético al 4%.

Artículos de cerámica destinados a preparar y cocinar alimentos

- Llene el recipiente hasta 2/3 partes de su volumen efectivo con agua desionizada. Cubra el recipiente con su propia tapa, si tiene, o con una pieza de vidrio de borosilicato.

Nota.- Determinar el volumen efectivo del espécimen midiendo el volumen necesario para llenarlo hasta el borde.

- Coloque el recipiente en una parrilla térmica y caliente hasta que se produzca una ebullición (para recipientes que tengan su propio elemento de calentamiento, controle la temperatura mediante dicho dispositivo), en ese

momento agregue el ácido acético glacial para obtener una solución al 4%. El volumen de ácido acético requerido se calcula de la siguiente manera:

$$0.042 (V_w) = V_a$$

Donde:

V_w = es el volumen de agua (ml) en el utensilio de cocina

V_a = es el volumen de ácido acético (ml) que se debe adicionar.

Mantener una ebullición baja por 2 horas a partir de la adición del ácido.

- Si ocurre una pérdida del solvente durante el calentamiento, reemplace la pérdida con ácido acético al 4% para mantener el nivel de la solución en 2/3 del volumen efectivo del recipiente. Al terminar las 2 horas de calentamiento, quitar la fuente de calor y dejar enfriar a temperatura ambiente.
- Realice el análisis de la solución lo más pronto posible para evitar el riesgo de una absorción importante de plomo en las paredes del recipiente o ajustar el volumen de solución después de las 24 horas con ácido acético al 4%.

Determinación de plomo por absorción atómica

- Determinación de la absorción de las soluciones estándares de plomo y de la solución de extracción, con el espectrofotómetro de absorción atómica y la lámpara específica para plomo. Leer la concentración de la curva de calibración hecha a partir de las soluciones estándar.
- Diluir las soluciones que contengan más de 20 mg/L con ácido acético al 4%, hasta que dicha concentración se encuentre dentro del intervalo de las soluciones estándar.
- En caso de que la solución de extracción contenga menos de 1 ppm, concentrar 50 ml como mínimo, en un vaso de precipitado y evaporar casi hasta sequedad en un baño de vapor. Disolver el residuo con ácido acético al 4%, equivalente exactamente a 0.1 veces el volumen de solución tomada para concentración. Cubrir con un vidrio de reloj y agitar hasta disolución completa. Determinar la absorbancia, preparar una curva estándar de absorbancia contra concentración y determinar la concentración de la solución de extracción.

Determinación del cadmio, por absorción atómica

- Proceder la lectura en el espectrofotómetro de absorción atómica con la lámpara específica para cadmio y las soluciones estándar de cadmio para la curva de calibración.
- Si las soluciones de extracción contienen más de 2 ppm de cadmio, diluir con ácido acético al 4%, hasta que dicha concentración se encuentre dentro del intervalo de las soluciones estándar. Si contiene menos de 0.1 ppm de cadmio, proceder como se indica en la determinación de plomo por absorción atómica cuando la concentración es mínima.

f) Expresión de los resultados

Cálculos

La concentración de plomo se determina interpolando el valor de la absorbancia de la muestra en la curva estándar.

Nota.- En caso de que el espectrofotómetro tenga unidad de lectura digital, no es necesario graficar la curva de calibración pero las soluciones estándares sirven para determinar comparativamente.

- Los resultados de las muestras se reportan directamente en ppm o mg/L de plomo o cadmio obtenidos en promedio.
- Cuando las muestras tienen el decorado en su superficie exterior (en la zona crítica a menos de 2.0 cm del borde), se calcula la cantidad total del plomo o cadmio con la fórmula siguiente:

Donde:

$$C_e = C V_1/V_2$$

C_e = es la concentración de plomo o cadmio por el exterior, en ppm

C = es la concentración obtenida en la muestra de solución de extracción

V_1 = es el volumen de solución de extracción usada, expresada en ml.

V_2 = es el volumen interior del artículo, en ml.

- Cuando se realizan pruebas por ambos lados de la muestra (interior y exterior), se deben sumar los valores obtenidos en ambas partes.

Exactitud

Es considerada adecuada una exactitud de 0.1 mg/L (ppm) para el plomo y de 0.01 mg/L (ppm) para cadmio.

g) Informe de la prueba

El informe de la prueba debe contener los siguientes datos como mínimo:

- Datos completos de identificación de la muestra, de preferencia como lo hace el productor (nombre, lote de producción, etc.)
- Tipo de vidrioado, su color y si presenta decoración, en donde

- Cantidad de piezas analizadas
- Referencia a este método de prueba (norma)
- Gráficas de la curva de calibración
- Volumen interno de la pieza
- Volumen de la solución usada (para ataque interno, externo o ambos)
- Concentración obtenida en ppm y absorbancia
- Cumplimiento o no con límites
- Identificación del aparato y su resolución
- Nombre y firma del analista
- Lugar y fecha de la determinación
- Cualquier suceso no usual ocurrido durante el análisis

4 Bibliografía

ASTM/C-738-81. Test for lead and Cadmium Extracted from Glazed Ceramic-Surfaces.

Association of Official Analytical Chemists Official Methods of Analysis. 14th Edition, 1984 25.024-25-027.

WHO/FOOD ADD/77.44. Ceramic Food Ware Safety, Sampling, Analysis and Limits for Lead and Cadmium Release. Geneva, 8-10 June 1976.

ASTM/C-1034-85. Standard Test Method for Lead and Cadmium Extracted from Glazed Ceramic Cookware.

Muñoz H., Romieu I., Hernández-Avila M., et al. Blood Lead and Neurobehavioral Development among Children Living in Mexico City. Archives of Environmental Health. 1993; No. 3, Vol. 48: 132-138

Romieu I., Palazuelos R. E., Meneses E., Hernández-Avila M. Vehicular Traffic of Blood-lead Levels in Children: A Pilot Study in Mexico City. Archives of Environmental Health. 1992; No. 4, Vol. 47: 246-249

Hernández-Avila M., Romieu I., Ríos C., et al. Lead Glazed Ceramics Major Determinantes of Blood Lead Levels in Mexican Women. Environmental Health Perspectives 1991; Vol. 94:117-120.

Romieu I., Palazuelos R., Hernández-Avila M., et al. Sources of Lead Exposure in Mexico City. Environmental Health Perspectives 1994; Vol. 102.

López-Rojas M., Santos-Burgoa, Ríos C., et al. Use of Lead-Glazed Ceramics is the Main Factor Associated to High Lead in Blood Levels in Two Mexican Rural Communities. Journal of Toxicology and Environmental Health. 1994; Vol. 42: 45-62.

5 Concordancia con normas internacionales

Esta Norma es equivalente totalmente con las siguientes normas internacionales:

ISO-6436/1-1981. Ceramic ware in contact with food-Release of lead and cadmium-Part:1 Method of Test.

ISO-7086/1-1982. Glassware and ceramic ware in contact with food-Release of lead and cadmium Part:1 Method of Test.

6 Observancia de la Norma

Los laboratorios que determinen la solubilidad de plomo y cadmio en artículos de cerámica vidriada deberán utilizar este método de prueba.

La vigilancia de la observancia de esta Norma, corresponde a la Secretaría de Salud, mediante muestreos aleatorios y siguiendo los procedimientos que marca la Ley General de Salud.

Para los casos que requieran de un procedimiento especial de muestreo, se utilizará como referencia la Norma Oficial Mexicana NOM-Z-12/2-1987. "Muestreo para la inspección por atributos. Parte 2: Métodos de muestreo, tablas y gráficas".

7 Vigencia

La presente Norma Oficial Mexicana entrará en vigor con su carácter obligatorio, al día siguiente de su publicación en el **Diario Oficial de la Federación**.

Sufragio Efectivo. No Reelección.

México, D.F., a 5 de septiembre de 1994.- El Director General de Salud Ambiental, **Filiberto Pérez Duarte**.- Rúbrica.