

## SECRETARIA DE SALUD

### **PROYECTO de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-231-SSA1-2002, Artículos de alfarería vidriada, cerámica vidriada y porcelana. Límites de plomo y cadmio solubles. Método de ensayo.**

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

PROYECTO DE NORMA OFICIAL MEXICANA PROY-NOM-231-SSA1-2002, ARTICULOS DE ALFARERIA VIDRIADA, CERAMICA VIDRIADA Y PORCELANA. LIMITES DE PLOMO Y CADMIO SOLUBLES. METODO DE ENSAYO.

ERNESTO ENRIQUEZ RUBIO, Presidente 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; 4 de la Ley Federal de Procedimiento Administrativo; 3 fracciones XIII, XVI y XXII, 13 Apartado A fracciones I y II, 119 fracción IV, 133 fracción I, 194 fracción I, 283, 284 y demás aplicables de la Ley General de Salud; 38, 40 fracciones I, II, V, XI, XII, 41, 43 y 47 fracción IV de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 28 y 33 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 31, 40, 41, 43, 1270 y demás aplicables del Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios; 2 literal C fracción II del Reglamento Interior de la Secretaría de Salud; 2 fracciones I y III, 7 y 12 fracción VI del Decreto Comisión Federal para la Protección de Riesgos Sanitarios, me permito ordenar la publicación en el **Diario Oficial de la Federación**, del Proyecto de Norma Oficial Mexicana PROY-NOM-231-SSA1-2002, Artículos de alfarería vidriada, cerámica vidriada y porcelana. Límites de plomo y cadmio solubles. Método de ensayo.

El presente proyecto se publica a efecto de que los interesados, dentro de los siguientes 60 días naturales, contados a partir de la fecha de su publicación, presenten sus comentarios en idioma español y con el sustento técnico suficiente ante el Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, sito en Monterrey número 33, planta baja, colonia Roma, código postal 06700, México, D.F., correo electrónico rfs@salud.gob.mx.

Durante el plazo mencionado, los documentos que sirvieron de base para la elaboración del proyecto estarán a disposición del público para su consulta en el domicilio del Comité.

#### PREFACIO

En la elaboración del presente proyecto participaron los siguientes Organismos e Instituciones:

SECRETARIA DE SALUD

Dirección General de Salud Ambiental

Secretaría de Salud de Michoacán

Secretaría de Salud de Tlaxcala

SOCIEDAD MEXICANA DE NORMALIZACION Y CERTIFICACION (NORMEX)

AMERICAN QUALITY LABORATORY

CENTRO DE CONTROL TOTAL DE CALIDADES, S.A. DE C.V.

LABORATORIOS ABC

LABORATORIO NACIONAL DE SALUD PUBLICA

LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.

FONDO NACIONAL DE ARTESANIAS FONART

METQUIM

BUFETE QUIMICO, S.A. DE C.V.

PIGMENTOS Y OXIDOS, S.A. DE C.V. (PYOSA)

CENTRO NACIONAL DE VIGILANCIA EPIDEMIOLOGICA

LLOYD INTERNACIONAL

CENTRO DE CONTROL DE CALIDADES

ASOCIACION NACIONAL DE CERAMISTAS

SOCIEDAD MEXICANA DE NORMALIZACION Y CERTIFICACION, S.C.

## INDICE

0. Introducción
1. Objetivo y campo de aplicación
2. Referencias
3. Definiciones
4. Especificaciones
5. Método de ensayo
6. Muestreo
7. Bibliografía
8. Concordancia con normas internacionales
9. Observancia de la norma

**APENDICE A:** METODO DE ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO Y CADMIO SOLUBLES.

**APENDICE B:** CRITERIOS DE MUESTREO PARA SELECCIONAR LAS PIEZAS A LAS QUE SE LES DETERMINARA LA CANTIDAD DE PLOMO Y CADMIO SOLUBLE.

### 0. Introducción

En la industria alfarera, cerámica y de porcelana, para la elaboración de utensilios destinados a contener o procesar alimentos, se han utilizado vidriados formulados con plomo y cadmio. Si la formulación es deficiente o el proceso de cocción insuficiente, el vidriado se torna potencialmente tóxico. El uso indebido de estas formulaciones en piezas de alfarería, cerámica o porcelana que sirven para procesar o contener alimentos y/o bebidas representan un riesgo para la salud ya que ocasionan la solubilización del plomo y cadmio los cuales contaminan los alimentos y bebidas. Esto sucede especialmente con alimentos y condimentos ácidos como los jugos de naranja y limón, el vinagre, el tomate y otros más.

Al ingerir cotidianamente alimentos y bebidas contaminados con plomo y cadmio, se puede producir una intoxicación gradual que afecta al organismo.

El plomo presenta una toxicidad específica para el sistema inmunitario. Ha sido comprobada su capacidad de alterar diversos aspectos de la respuesta inmunitaria en distintas dosis, vías de exposición y en diversas especies animales. Destaca su papel disminuyendo la resistencia a infecciones. Los resultados experimentales sobre su efecto en otros parámetros no son tan consistentes, pero todos indican una capacidad de alterar la respuesta inmunitaria. Estos efectos del plomo se observan en concentraciones menores que las que ocasionan la toxicidad clásica de este elemento. Los estudios realizados en los últimos 10 años en este campo se han enfocado a los efectos del plomo en parámetros específicos de evaluación de la respuesta inmunitaria: proliferación de linfocitos, producción de anticuerpos, funciones de macrófagos, etc. Además afecta el sistema nervioso, cardiovascular, gastrointestinal y reproductivo, los niños pueden sufrir desórdenes en su conducta y aprendizaje.

El cadmio daña los pulmones, puede producir enfermedad del riñón e irritar el tubo digestivo, provocando vómito y diarrea. La exposición de larga duración puede ocasionar fragilidad de los huesos y en forma experimental se ha observado afección del sistema inmunológico.

### 1. Objetivo y campo de aplicación

**1.1** Esta Norma Oficial Mexicana establece las cantidades límites de plomo y cadmio liberadas, que deben cumplir los artículos de alfarería vidriada, cerámica vidriada y porcelana que se utilicen para contener y procesar alimentos y bebidas.

**1.2** Se aplica a cualquier tipo de alfarería o cerámica vidriada, coloreada o no, con decoración o sin ella pudiendo presentarse ésta en el interior, exterior o en ambas posiciones.

### 2. Referencias

- 2.1** NMX-P-72-1991                      Industria del vidrio. Artículos de vidrio y cerámica para servicio de mesa. Límites de plomo y cadmio.

- 2.2 NOM-004-SSA1-1993** Salud ambiental. Limitaciones y requisitos sanitarios para el uso y comercialización de monóxido de plomo (litargirio), óxido rojo de plomo (minio) y del carbonato básico de plomo.
- 2.3 NOM-117-SSA1-1994** Bienes y servicios. Método de prueba para la determinación de cadmio, fierro, zinc y mercurio en alimentos, agua potable y agua purificada por espectrofotometría de absorción atómica.

### 3. Definiciones

Para los efectos de esta Norma, se establecen las siguientes definiciones:

**3.1 Alfarería:** Material inorgánico no metálico que se produce por sinterización de materiales inorgánicos a partir de temperaturas de los 700°C o más, cuyo principal componente es el barro. La superficie puede ser vidriada o esmaltada para hacerla más impermeable, resistente o con propósitos decorativo-estéticos.

**3.2 Cerámica:** Material inorgánico no metálico que se produce por sinterización de materiales inorgánicos a partir de temperaturas de los 700°C o más, cuyo principal componente es el de óxido de silicio y silicatos complejos como caolines, arcillas, feldspatos y otros. La superficie puede ser vidriada o esmaltada para hacerla más impermeable, resistente o con propósitos decorativo-estéticos. En ésta se incluyen las porcelanas refractarias.

**3.3 Decoración:** Adorno o hermoseamiento de la superficie de barro o cerámica sin alterar su forma o función, con el objeto de realzar su valor estético. Se presenta por medio de simples líneas o dibujos complejos, en ocasiones repetitivos pudiendo ser de uno o varios colores. Se utiliza toda la gama disponible de colores, lustres metálicos o metales preciosos como el oro y platino, solos o combinados. La aplicación se realiza en forma manual o indirecta: transfiriendo dibujos por medio de calcos y calcomanías o directamente imprimiendo dibujos sobre los artículos en forma mecánica. La aplicación sobre la pieza se puede ubicar en el interior, en el exterior o en ambas posiciones.

**3.4 Frita:** Es el vidriado base, resultante del proceso de fritar, es decir, del proceso térmico que lleva hasta el punto de fusión a materias primas inorgánicas mezcladas en proporciones predeterminadas, obteniéndose un compuesto nuevo insoluble en agua.

**3.5 Greta:** Se refiere al óxido de plomo ya sea minio o litargirio. Término utilizado por los alfareros para nombrar el vidriado de sus piezas.

**3.6 Recubrimiento:** Los vidriados son el producto de la combinación de materias inorgánicas como materiales fundentes o fritas, estabilizadores mediante un previo diseño de la mezcla de materiales fundentes o fritas, estabilizadores y agentes de suspensión, para obtener un recubrimiento con un punto de maduración a diferentes temperaturas. Suele aplicarse en forma de suspensión acuosa por inmersión o atomización para que la capa sea uniforme. Usualmente se muestran los artículos cerámicos con vidriados brillantes o mates, siendo los primeros transparentes u opacos; ambos se presentan incoloros, blancos o coloreados. Se le conoce también como "barniz".

**3.7 Vajilla:** Conjunto de artículos variados, elaborados de cerámica o barro, destinados a preparar, cocinar, servir o almacenar alimentos o bebidas. En principio el término se aplica al conjunto de piezas empleadas en el servicio de mesa, tales como: platos, tazas, fuentes, platones, jarra y otras. Por extensión se le aplica al grupo de piezas utilizadas en cocina y alacena. Su principal característica es la uniformidad en el concepto decorativo, es decir, el conjunto se presenta relacionado entre sí y sirviendo a un mismo fin, haciendo juego.

**3.8 Vajilla Cerrada:** Conjunto de artículos variados, elaborados de cerámica o barro, destinados a servir o almacenar alimentos o bebidas. En principio el término aplica al conjunto de piezas empleadas en el servicio de mesa, tales como: platos, tazas, fuentes, platones, jarras y otras. Su principal característica es la uniformidad en el concepto decorativo, es decir, el conjunto se presenta relacionado entre sí y sirviendo a un mismo fin, haciendo juego, se clasifica de acuerdo al número de servicios para el cual está empacada (4, 6, 12, 24 personas por ejemplo).

**3.9 Vajilla Abierta:** Se refiere a las piezas sueltas de cerámica o barro que pertenecen a un modelo que se comercializa como vajilla cerrada, normalmente se utilizan para reposición de piezas rotas o para aumentar el número de servicios a una vajilla existente.

**3.10 Piezas sueltas:** artículos variados, elaborados de cerámica o barro, destinados a servir o contener, procesar o almacenar alimentos o bebidas y que se comercializan individualmente (p. ej. tarros para café,

juegos de aceitera y vinagrera, moldes de cerámica refractarios, jarros de barro, salseras de barro, ollas, cacerolas, etc.).

**3.11 Piezas para contener alimentos y/o bebidas:** Se refiere a aquellas piezas que son usadas para guardar o almacenar alimentos líquidos o sólidos y/o bebidas que ya han sido procesadas.

**3.11.1 Piezas planas:** Son aquellos artículos cuya altura interior no excede 25 mm, medido del punto más bajo del fondo de la pieza al plano horizontal que pasa por los bordes superiores. Se trata de piezas tales como platos, platones y otros. Pueden tener la capacidad de una pieza hueca pequeña o una pieza hueca grande.

**3.11.2 Piezas huecas:** Son aquellas que tengan una profundidad interna mayor de 25 mm, medida desde el punto más bajo del plano horizontal hasta el punto superior del borde. Las huecas se subdividen en tres categorías basadas en el volumen:

- Pequeñas: Huecas con capacidad  $\square$  1.1 l.
- Grandes: Huecas con capacidad  $\square$  1.1 l.
- Almacenaje: Huecas con capacidad  $\square$  3 l.

**3.11.3 Tazas y tarros:** Son piezas huecas pequeñas comúnmente usadas en el consumo de bebidas, como café o té a elevadas temperaturas. Son vasijas de aproximadamente 240 ml con asa. Las tazas generalmente tienen lados curvados y los tarros tienen lados cilíndricos. Generalmente se ubican las piezas huecas pequeñas.

**3.12 Piezas para procesar alimentos y/o bebidas:** Se refiere a aquellas piezas que son usadas para preparar (cocer, freír, vaporizar, elaborar, etc.) alimentos líquidos o sólidos y/o bebidas.

**3.13 Procedencia:** Se refiere a si las piezas de alfarería o cerámica son de importación o producción nacional.

**3.14 Tipo de producción:** Se refiere los siguientes tipos de fabricación de alfarería o cerámica porcelana:

- Producción de tipo Industrial: Es la fabricación de piezas de alfarería o cerámica que se elaboran en grandes cantidades y mediante tecnología avanzada.
- Producción artesanal: Es la fabricación de piezas de alfarería o cerámica que se elaboran en pequeñas cantidades y mediante técnicas rústicas.

#### 4. Especificaciones

**4.1** El plomo y cadmio liberados por cualquier artículo de alfarería o cerámica vidriada de producción nacional o importación, destinado a contener o procesar alimentos y/o bebidas debe cumplir con los límites máximos establecidos en la Tabla 1, de acuerdo con el método de ensayo señalado en el apéndice A.

**Tabla 1- Límites de solubilidad de plomo y cadmio que deben cumplir las piezas de alfarería, cerámica y porcelana**

TIPO DE PIEZA	N <sup>a b</sup>	LIMITE PERMISIBLE	UNIDAD DE MEDIDA	LÍMITES DE SOLUBILIDAD	
				PLOMO	CADMIO
Piezas Planas	4	Promedio $\square$ límite	mg/l	2	0.50
Piezas Huecas Pequeñas	4	Todas las piezas $\square$ límite	mg/l	2	0.50
Piezas Huecas Grandes	4	Todas las piezas $\square$ límite	mg/l	1	0.25
Piezas Huecas para Almacenar	4	Todas las piezas $\square$ límite	mg/l	0.50	0.25
Tazas y Tarros	4	Todas las piezas $\square$ límite	mg/l	0.50	0.25
Utensilios para procesar alimentos y/o bebidas	4	Todas las piezas $\square$ límite	mg/l	0.50	0.05

<sup>a</sup> Es el número de piezas a las que se les aplicará la prueba.

<sup>b</sup> En caso de que la muestra (4 piezas) exceda el 25% de la producción anual de esa pieza suelta específica, se analizará 1 sola pieza.

**4.2** Criterio de aceptación.

**4.2.1** La concentración de plomo obtenida debe apegarse a los límites establecidos en la tabla 1 del punto 4 de la presente Norma. Los tipos de piezas debe ajustarse a los mencionados en la tabla 1.

**4.2.2** En el caso de no cumplir con esta Norma debe agregarse la leyenda señalada en el punto 4.3.1 o 4.3.2 en forma permanente y visible, con pigmento cerámico horneado, o incapacitar su uso para alimentos o bebidas con una perforación como mínimo de 2 mm de diámetro en un costado de la base.

**4.2.3** Las piezas de vajilla con fines decorativos, conmemorativos o coleccionables que no cumplan con esta Norma, deben llevar la leyenda señalada en el punto 4.3.1 o 4.3.2.

#### **4.3 Marcado.**

**4.3.1** En caso de que las muestras no cumplan con los criterios de aceptación señalados en el punto 4 de la presente Norma, se debe incluir la leyenda "no usar con alimentos o bebidas, contiene plomo", de acuerdo al punto 4.2.2.

**4.3.2** Los artículos destinados a la exportación deben ostentar la leyenda en el idioma inglés "Not for food or drink use, this product contains lead", conforme al acuerdo de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, publicado en el **Diario Oficial de la Federación** el 19 de junio de 1987, de acuerdo al punto 4.2.3.

### **5. Método de ensayo**

**5.1** El método de ensayo para la determinación de plomo y cadmio solubles, se indican en el apéndice A de esta norma. Los resultados de solubilidad de plomo y cadmio en artículos de alfarería vidriada, cerámica vidriada y porcelana de producción nacional y de importación serán válidos sólo si se usa este método de ensayo.

### **6. Criterios de muestreo**

**6.1** Los criterios y el procedimiento de muestreo, se indican en el apéndice B de esta Norma.

### **7. Bibliografía**

**7.1** Food and Drug Administration. Compliance policy guides, guide 7111.87 chapter 17-food related.

**7.2** Federal Register. Vol. 53, No. 96/Wednesday, may, 1988, 17764-17766.

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

**7.4** 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.

**7.5** 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.

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

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

**7.8** 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.

**7.9** 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.

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

**7.11** Belisle, E.H., Strausser, H.S. Inmmune response of rats chronically fed subclinical doses of lead. Exp. Immunol. 1981; 43: 189-94.

**7.12** Kawamura, R.; Shimizu, F. et al. Effects of single exposure to cadmium on the primary humoral antibody response. Arch. Toxicol. 1983; 54: 289-96.

**7.13** Gasiorek, K.K.; Bauchinger, M. Chromosome changes in human lymphocytes after separate and combined treatment with divalent salts of lead, cadmium and zinc. Environmental Mutagenesis 1981; 3: 513-18.

**7.14** Kimber, I.; Stonard, M.D.; Gidlow, D.A. et al. Influence of low-level exposure to lead on plasma immunoglobulin concentration and cellular immune functions in man. 1986. Int. Arch. Occup. Env. Health 1986; 57: 117-25.

**7.15** Koller, D.L. Some immunologic effects of lead, cadmium and methylmercury. *Toxicol* 1979; 2: 99-110.

## **8. Concordancia con normas internacionales**

Esta Norma concuerda con las siguientes normas internacionales:

ISO-6486/2-1981. Ceramic ware in contact with food release of lead and cadmium-part: 2 permissible limits.

ISO-7086/2-1981. Glassware and glass ceramic ware in contact with food release of lead and cadmium-part: 2 permissible limits.

## **9. Observancia de la norma**

**9.1** Los fabricantes, distribuidores y expendedores de artículos de alfarería y cerámica vidriada y porcelana de producción nacional y de importación, destinados a contener y procesar alimentos y bebidas deberán cumplir con esta Norma Oficial Mexicana.

**9.2** La vigilancia de la observancia de esta Norma, corresponde a la Secretaría de Salud a través de la COFEPRIS, siguiendo los procedimientos que marca la Ley General de Salud y la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, respectivamente.

México, D.F., a 20 de junio de 2003.- El Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Regulación y Fomento Sanitario, **Ernesto Enríquez Rubio**.- Rúbrica.

## **APENDICE A**

### **METODO DE ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO Y CADMIO SOLUBLES**

Este método de ensayo se considera como básico mínimo, sin excluir otro método alternativo que cumpla con las especificaciones de la norma y que esté autorizado por la Secretaría de Salud.

#### **1.0 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 lámparas de cátodo hueco o de descarga sin electrodo.

#### **2.0 Reactivos**

**2.1** Solución de ácido acético al 4% (v/v). Mezclar un volumen de ácido acético al 100% con 24 volúmenes de agua destilada y desionizada.

**2.2** Disoluciones estándares de referencia certificadas de plomo y cadmio.

**2.2.1** Disoluciones patrón de plomo. Diluir el estándar con ácido acético al 4% para obtener 5 disoluciones cuyas absorbencias estén dentro de un rango lineal confiable para construir una gráfica de calibración (0.0, 0.25, 0.5, 1.0, 5.0). Estas disoluciones deben prepararse el mismo día que se usen.

**2.2.2** Disoluciones patrón de cadmio. Diluir el estándar con ácido acético al 4% para obtener 5 disoluciones cuyas absorbencias estén dentro de un rango lineal confiable para construir una gráfica de calibración (0.0, 0.025, 0.05, 0.1, 0.5). Estas disoluciones deben prepararse el mismo día que se usen.

**2.3** Solución de ácido clorhídrico (1% v/v). Mezclar un volumen de ácido clorhídrico concentrado ( $\pm 38\%$ ) con 35 volúmenes de agua. Ajustar si la concentración de etiqueta fuera diferente de 38%.

**2.4** Detergente alcalino. Disolver 15.0 g de detergente alcalino en 3.8 L de agua común.

#### **3.0 Materiales**

**3.1** Material común de laboratorio de vidrio borosilicato.

**3.2** Recipientes de plástico, polietileno, PVC o teflón.

#### **4.0 Preparación de las muestras**

**4.1** Lavar las piezas con el detergente alcalino y enjuagar con agua corriente.

**4.2** Enjuagar con agua desionizada, escurrir y secar en horno o con papel filtro limpio.

**4.3** Guardar la muestra en un ambiente libre de contaminación por partículas aéreas.

## 5.0 Procedimiento

### 5.1 Piezas huecas pequeñas, tarros y tazas con vidriado en el exterior e interior:

Cuando el vidriado de las superficies interiores de las piezas huecas chicas, es la que estará en contacto con los alimentos y bebidas; en su interior, y su superficie exterior sea susceptible de entrar en contacto con labios y lengua de las personas.

**5.1.1** Medir y marcar cada una de las 4 piezas de prueba hasta 7 mm antes que se derrame el líquido, la medición de la distancia debe ser a lo largo de la superficie de la pieza (no debe medirse la distancia vertical), llenar cada pieza hasta la marca con ácido acético al 4%, anotar el volumen utilizado para 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.

**5.1.2** Ajustar el volumen de solución después de las 24 horas con ácido acético al 4%, agitar con una varilla de vidrio el líquido de extracción y tomar la cantidad suficiente y basta para efectuar las lecturas, de cada pieza. Colocar en un recipiente limpio, tapar, identificar y analizar.

**5.1.3** Hacer una marca en la superficie exterior del objeto a 2 cm del borde. Colocar las muestras invertidas dentro de un recipiente de vidrio borosilicato que tenga cuando menos de 1.5 a 2 veces el diámetro del espécimen a probar.

**5.1.4** 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  $22 \pm 2^\circ\text{C}$ , cubrir con una tapa para evitar evaporación, así como para proteger de contaminación por partículas aéreas.

**5.1.5** Ajustar el volumen de solución después de las 24 horas con ácido acético al 4%, agitar con una varilla de vidrio el líquido de extracción y tomar la cantidad suficiente y basta para efectuar las lecturas, de cada pieza. Colocar en un recipiente limpio, tapar, identificar y analizar.

### 5.2 Piezas huecas grandes, de almacenaje y planas:

**5.2.1** Medir y marcar cada una de las 4 piezas de prueba hasta 7 mm antes que se derrame el líquido, la medición de la distancia debe ser a lo largo de la superficie de la pieza (no debe medirse la distancia vertical), llenar cada pieza hasta la marca con ácido acético al 4%, anotar el volumen utilizado para llenar 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.

**5.2.2** Ajustar el volumen de solución después de las 24 horas con ácido acético al 4%, agitar con una varilla de vidrio el líquido de extracción y tomar la cantidad suficiente y basta para efectuar las lecturas, de cada pieza. Colocar en un recipiente limpio, tapar, identificar y analizar.

### 5.3 Artículos para procesar y cocinar alimentos:

**5.3.1** Llene las 4 muestras 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.

**5.3.2** Coloque los recipientes 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 para obtener una solución al 4%. El volumen de ácido acético requerido se calcula de la siguiente manera:

$$0.04 (V_w) = V_a$$

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.

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

**5.3.4** Si ocurre una pérdida del disolvente 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.

**5.3.5** Ajustar el volumen de solución después de las 24 horas con ácido acético al 4%, agitar con una varilla de vidrio el líquido de extracción y tomar la cantidad suficiente y basta para efectuar las lecturas, de cada pieza. Colocar en un recipiente limpio, tapar, identificar y analizar.

#### **5.4** Determinación de plomo y cadmio

**5.4.1** Se deberá utilizar el método instrumental de la NOM 117 SSA1 1994 vigente, numeral 8 de Procedimiento.

**5.4.2** Se debe realizar la determinación cuantitativa de los metales un máximo de 48 horas después de efectuada la extracción.

#### **5.5** Expresión de los resultados

##### **5.5.1** Cálculos

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

Los resultados de las muestras se reportan directamente en mg/L de plomo o cadmio obtenidos.

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:

$$C_e = C \cdot V_1 / V_2$$

Donde:

$C_e$  = es la concentración de plomo o cadmio por el exterior, en mg/L

$C$  = 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.

#### **5.6** 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.)
- Descripción de las muestras (Tipo de vidriado, su color y si presenta decoración, en donde cuando se amerite) y fotografía de las mismas.
- Cantidad de piezas analizadas
- Referencia a este método de prueba (norma)
- Volumen interno de la pieza
- Volumen de la solución usada (para ataque interno, externo o ambos)
- Concentración obtenida en mg/L
- Cumplimiento o no con límites
- Identificación del espectrofotómetro utilizado (marca, modelo y número de serie e inventario)
- Nombre y firma del responsable del laboratorio
- Lugar y fecha de la determinación
- Cualquier suceso no usual ocurrido durante el análisis

- El periodo de conservación del documento en archivo será de 1 año.

#### APENDICE B

### CRITERIOS DE MUESTREO PARA SELECCIONAR LAS PIEZAS A LAS QUE SE LES DETERMINARA LA CANTIDAD DE PLOMO Y CADMIO SOLUBLES

#### 1. Criterios de muestreo para seleccionar las piezas sueltas y utensilios para cocinar de alfarería vidriada de producción nacional artesanal.

##### 1.1 Selección de la muestra.

En la selección de las muestras de piezas sueltas de alfarería de producción nacional para procesar o contener alimentos, se deben emplear los siguientes criterios:

**1.1.1** Se debe dar prioridad a la categoría de artículos que plantee el mayor riesgo de salud al consumidor (mayor relación área superficial/volumen en contacto con alimentos).

El muestreo en el caso de artesanos productores, será una vez al año siempre y cuando el artesano lleve una bitácora de control y declare por escrito a la Secretaría, bajo protesta de decir la verdad que no utiliza greta.

En el caso de intermediarios y expendedores al mayoreo, el muestreo se efectuará una vez al año siempre y cuando el intermediario o expendedor lleve una bitácora de control de los artesanos que comercializa y declare por escrito a la Secretaría, bajo protesta de decir la verdad que sus artesanos no utilizan greta.

##### 1.2 Tamaño de la muestra.

**1.2.1** El tamaño de la muestra lo componen 4 piezas de cada tipo (planas, huecas pequeñas, grandes y de almacenaje, tazas y tarros). El muestreo debe ser a los tipos que se produzcan o se encuentren en un mismo local.

**1.2.2** En caso de que la muestra (4 piezas) exceda el 25% de la producción anual de esa pieza suelta específica, se analizará 1 sola pieza.

#### 2. Criterios de muestreo para seleccionar las vajillas cerradas y abiertas, piezas sueltas y utensilios para cocinar de cerámica vidriada de producción nacional industrial.

##### 2.1 Selección de la muestra.

En la selección de las muestras de vajillas cerradas y abiertas, piezas sueltas y utensilios para cocinar de cerámica vidriada de producción nacional, se deben emplear los siguientes criterios:

**2.1.1** Se debe dar prioridad a la categoría de artículos que plantee el mayor riesgo de salud al consumidor (mayor relación área superficial/volumen en contacto con alimentos).

El muestreo en el caso de productores, será una vez al año siempre y cuando el productor lleve una bitácora de control y declare por escrito a la Secretaría, bajo protesta de decir la verdad que no utiliza greta.

##### 2.2 El tamaño de la muestra.

##### 2.2.1 Vajillas Cerradas y Abiertas:

El tamaño de la muestra lo componen 4 piezas iguales en tamaño, forma, color y decorado elegidas de una o varias vajillas cerradas, en el caso de vajillas abiertas, las piezas deberán ser identificadas al modelo de la vajilla cerrada a la que pertenecen o en caso contrario se tomarán como piezas sueltas. El muestreo debe ser a los tipos que se mencionan en la Tabla 1.

##### 2.2.2 Piezas sueltas:

El tamaño de la muestra lo componen 4 piezas iguales en tamaño, forma, color y decorado elegidas del modelo de las piezas sueltas que se quieran probar.

##### 2.2.3 Artículos destinados para procesar o cocinar alimentos:

El tamaño de la muestra lo componen 4 piezas iguales en tamaño, forma, color y decorado.

### **3. Criterios de muestreo para seleccionar las vajillas cerradas y abiertas, piezas sueltas y utensilios para cocinar de alfarería y cerámica vidriada de importación**

**3.1** En la selección de las muestras ya sea de vajillas cerradas, abiertas y piezas sueltas, se deben emplear los siguientes criterios:

**3.1.1** Se debe dar prioridad a la categoría de artículos que plantee el mayor riesgo de salud al consumidor.

**3.1.2** Dentro de cada tipo de los artículos mencionados en 3.1, según su tipo (piezas huecas chicas, grandes y planas) deben ser seleccionados para prueba, aquellos que tengan mayor relación área superficial/volumen en contacto con alimentos. Además, los artículos que tengan mayor contenido de coloración o decoración (principalmente rojo, naranja y verde).

En el caso de importadores, el muestreo se efectuará por modelo de vajilla cerrada o por modelo de pieza suelta, una vez al año siempre y cuando el importador lleve una bitácora de control de los productores que comercializa y declare por escrito a la Secretaría, bajo protesta de decir la verdad que sus productores no utilizan esmaltes o pigmentos con plomo y cadmio (debe presentar carta de los productores también bajo protesta de decir la verdad de que no utilizan pigmentos o esmaltes con plomo y cadmio).

**3.2** El tamaño de la muestra

**3.2.1** Vajillas Cerradas y Abiertas:

El tamaño de la muestra lo componen 4 piezas iguales en tamaño, forma, color y decorado elegidas de una o varias vajillas cerradas, en el caso de vajillas abiertas, las piezas deberán ser identificadas al modelo de la vajilla cerrada a la que pertenecen o en caso contrario se tomarán como piezas sueltas. El muestreo debe ser a los tipos que se mencionan en la Tabla 1.

**3.2.2** Piezas sueltas:

El tamaño de la muestra lo componen 4 piezas iguales en tamaño, forma, color y decorado elegidas del modelo de las piezas sueltas que se quieran probar.

**3.2.3** Artículos destinados para procesar o cocinar alimentos:

El tamaño de la muestra lo componen 4 piezas iguales en tamaño, forma, color y decorado del modelo que se quiera probar.