

RESOLUCIÓN 2014022808 DE 2014

(julio 22)

Diario Oficial No. 49.230 de 1 de agosto de 2014

Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos

Por la cual se establecen los ensayos de migración y verificación del cumplimiento de los límites de migración total y específica reglamentados en las Resoluciones 4142 y 4143 de 2012.

La Directora General del Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos (Invima), en ejercicio de sus facultades legales conferidas en el artículo 4º del Decreto 2078 de 2012 en concordancia con el artículo 18 de la Resolución 4142 de 2012 y artículos 6º, 9º y 11 de la Resolución 4143 de 2012, y

CONSIDERANDO:

Que la Resolución 683 de 2012, expidió el Reglamento Técnico sobre los requisitos sanitarios que deben cumplir los materiales, objetos, envases y equipamientos destinados a entrar en contacto con alimentos y bebidas para consumo humano.

Que la Resolución 4142 de 2012, estableció el reglamento técnico sobre los requisitos sanitarios que deben cumplir los materiales, objetos, envases y equipamientos metálicos destinados a entrar en contacto con alimentos y bebidas para consumo humano en el territorio nacional.

Que la Resolución 4143 de 2012, estableció el reglamento técnico sobre los requisitos sanitarios que deben cumplir los materiales, objetos, envases y equipamientos plásticos y elastoméricos y sus aditivos destinados a entrar en contacto con alimentos y bebidas para consumo humano en el territorio nacional.

Que el párrafo del artículo 14 de la Resolución 4142 de 2012, dispone que el Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos (Invima), verificará el cumplimiento de los límites de migración total y específica de los compuestos hermetizantes o sellantes, mediante los ensayos que para ello estén establecidos.

Que el artículo 18 de la Resolución 4142 de 2012, dispone que el Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos (Invima), establecerá los ensayos de migración y verificación del cumplimiento de los límites de migración total y específica de los materiales, envases, objetos y equipamientos metálicos recubiertos con esmaltes vitrificables y recubiertos parcial o totalmente con revestimientos poliméricos (barnices, lacas o esmaltes).

Que el artículo 6° de la Resolución 4143 de 2012, dispone que el Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos (Invima), establecerá las técnicas y metodologías para verificar el cumplimiento del límite de migración específica de un componente, material, objeto, envase y equipamiento plástico y elastoméricos.

Que el artículo 9° de la Resolución 4143 de 2012, dispone que el Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos (Invima), establecerá los ensayos de migración, verificación de tolerancias analíticas y cumplimiento de los límites de migración total de los materiales, objetos, envases y equipamientos plásticos y elastoméricos.

Que el párrafo del artículo 11 de la Resolución 4143 de 2012, dispone que el Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos (Invima), establecerá los ensayos para materiales, objetos, envases y equipamientos plásticos y elastoméricos que contengan colorantes en su formulación, destinados a entrar en contacto con alimentos y bebidas.

Que en mérito de lo expuesto, este Despacho,

RESUELVE:

Artículo 1°. Establecer las técnicas y/o metodologías de ensayos para verificar el cumplimiento del límite de migración específica y de verificación de tolerancias analíticas y cumplimiento de los límites de migración total de un componente, materiales, objetos, envases y equipamiento plásticos y elastoméricos, incluidos colorantes contenidos en su formulación y los compuestos hermetizantes o sellantes, destinados a entrar en contacto con alimentos y bebidas para consumo, consignados en el Anexo I de la presente Resolución.

Artículo 2°. Establecer los ensayos de migración y verificación del cumplimiento de los límites de migración total y específica de los materiales, envases, objetos y equipamientos metálicos recubiertos con esmaltes vitrificables y recubiertos parcial o totalmente con revestimientos poliméricos (barnices, lacas o esmaltes), consignados en el Anexo II de la presente resolución.

Artículo 3°. La presente resolución rige a partir de la fecha de su publicación.

Dada en Bogotá, D. C., a 22 de julio de 2014.

Publíquese y cúmplase.

La Directora General,

Blanca Elvira Cajigas de Acosta.

ANEXO I

TÉCNICAS O METODOLOGÍAS DE ENSAYOS PARA VERIFICAR EL CUMPLIMIENTO DEL LÍMITE DE MIGRACIÓN ESPECÍFICA Y DE VERIFICACIÓN DE TOLERANCIAS ANALÍTICAS Y CUMPLIMIENTO DE LOS LÍMITES DE MIGRACIÓN TOTAL, REGLAMENTADOS EN LA RESOLUCIÓN NÚMERO 4143 DE 2012

1. Alcance

El presente Documento Técnico establece las metodologías de ensayos y los criterios generales para verificar el cumplimiento del límite de migración específica y de verificación de tolerancias analíticas y cumplimiento de los límites de migración total y se aplica a los siguientes materiales, objetos, envases y equipamiento plásticos y elastoméricos y colorantes contenidos en su formulación, destinados a entrar en contacto con alimentos y bebidas para consumo:

- a) Los compuestos exclusivamente de plástico o elastómero;
- b) Los compuestos de dos o más capas de materiales, cada una de ellas constituidas exclusivamente de plástico o elastómero;

c) Los compuestos de dos o más capas de materiales, una o más de las cuales pueden no ser exclusivamente de plástico, siempre que la capa que esté en contacto con el alimento sea de plástico o revestimiento polimérico.

d) Los compuestos hermetizantes o sellantes indicados en la Resolución 4142 de 2012.

2. Criterios básicos para la realización de los ensayos de migración

2.1. Introducción.

2.1.1. La verificación del cumplimiento de los límites de migración total y específica se realizará mediante ensayos de migración o cesión, cuyos criterios básicos se detallan en esta sección.

2.1.2. En los ensayos de migración se realizará el contacto con los materiales plásticos y los simulantes, en las condiciones de tiempo y temperatura que correspondan, de modo de reproducir las condiciones normales o previsibles de elaboración, fraccionamiento, almacenamiento, distribución, comercialización y consumo del alimento, a saber:

a) Elaboración: condiciones que se verifican por plazos generalmente breves, tales como etapas de pasteurización, esterilización, llenado en caliente, etc.;

b) Almacenamiento: contacto prolongado durante toda la vida útil del producto, a temperatura ambiente o en refrigeración;

c) Consumo: calentamiento del alimento dentro del mismo envase antes de su ingesta; uso de utensilios domésticos de plásticos en contacto con alimentos; preparación de alimentos dentro de utensilios domésticos, con o sin calentamiento; uso de envoltorios plásticos para protección de alimentos.

2.2. Clasificación de alimentos.

A los efectos del presente Documento Técnico, los alimentos y bebidas (de aquí en adelante “alimentos”) se clasifican según las siguientes categorías:

- Acuosos no ácidos ($\text{pH} > 4.5$)
- Acuosos ácidos ($\text{pH} < 4.5$)
- Grasos (que contienen grasas o aceites entre sus componentes)
- Alcohólicos (contenido de alcohol = 5% (v/v))
- Secos

2.3. Asignación de simulantes.

2.3.1. Los simulantes de los alimentos a utilizar en los ensayos de migración son: Simulante A (simulante de alimentos acuosos no ácidos ($\text{pH} > 4.5$)): agua destilada o desionizada;

Simulante B (simulante de alimentos acuosos ácidos ($\text{pH} = 4.5$)): solución de ácido acético al 3% (m/v) en agua destilada o desionizada;

Simulante C (simulante de alimentos alcohólicos): solución de etanol al 10% (v/v) en agua destilada o desionizada, concentración que se ajustará al contenido real de etanol del producto en el caso de que el mismo supere el 10% (v/v);

En el caso de utilizarse simulante C en los ensayos de migración, corresponderá:

- Para alimentos con contenido de alcohol de 5% (v/v) a 10% (v/v): solución de etanol al 10% (v/v) en agua destilada o desionizada;
- Para alimentos con contenido de alcohol mayor que 10% (v/v): solución de etanol en agua destilada o desionizada, en igual concentración que la del alimento.

Simulante D (simulante de alimentos grasos): solución de etanol al 95% (v/v) en agua destilada o desionizada, o isooctano, o MPPO (óxido de polifenileno modificado), según corresponda;

Simulante D' (simulante equivalente al simulante D): aceites comestibles (aceite de oliva, aceite de girasol, aceite de maíz) o mezclas sintéticas de triglicéridos.

En el caso de utilizarse simulantes de alimentos grasos en los ensayos de migración, corresponderán los siguientes:

- Para los ensayos de migración total: simulante D (el que corresponda), o simulante D'.
- Para los ensayos de migración específica: simulante D (el que corresponda), o simulante D'.
- Para los ensayos de migración de sustancias que confieren color en materiales, envases y equipamientos plásticos que contengan colorantes en su formulación: aceite de coco.

Para los productos citados en los ítems 07.01, 07.02, 07.03 y 07.06 de la Tabla 2 (leche entera, leche condensada, leche descremada o parcialmente descremada, leches fermentadas como yogur y productos similares, crema de leche, crema de leche ácida y postres lácteos refrigerados) el simulante graso utilizado debe ser una solución de etanol a 50% (v/v) en agua destilada o desionizada.

2.3.2. A las categorías de alimentos enunciadas en el ítem 2.2 y a sus combinaciones, le corresponden los siguientes simulantes:

Tabla 1: Selección de simulantes para diferentes clases de alimentos

Tipo de alimento	Simulante
------------------	-----------

Sólo alimentos acuosos no ácidos	A
Sólo alimentos acuosos ácidos	B
Sólo alimentos alcohólicos	C
Sólo alimentos grasos	D o D'
Alimentos acuosos no ácidos y alcohólicos	C
Alimentos acuosos ácidos y alcohólicos	B y C
Alimentos acuosos no ácidos conteniendo grasas y aceites	A y D o D'
Alimentos acuosos ácidos conteniendo grasas y aceites	B y D o D'
Alimentos acuosos no ácidos, alcohólicos y grasos	C y D o D'
Alimentos acuosos ácidos, alcohólicos y grasos	B, C y D o D'
Alimentos secos no grasos	No es necesario realizar el ensayo de migración
Alimentos secos grasos	D o D'

2.3.3. En la Tabla 2 se detallan, en forma no taxativa, diversos alimentos o grupos de alimentos, con la asignación de simulantes correspondientes, a utilizar en los ensayos de migración total y específica.

Para cada alimento o grupo de alimentos se usarán los simulantes indicados con una “X”, usando para cada simulante muestras no ensayadas del material en evaluación. Cuando no se indica “X”, no se requieren ensayos de migración.

En el caso de los alimentos en que deba usarse simulante D o D', cuando aparece el símbolo “X” seguido por “/” y un número “n” (“X/n”), los resultados de los ensayos de migración deben dividirse por el número indicado (n). El número “n” es el factor de reducción del simulante D o D', usado convencionalmente para tener en cuenta la mayor capacidad extractiva del simulante D o D' respecto de la capacidad extractiva del alimento en cuestión.

Tabla 2. Asignación de simulantes para los ensayos de migración total y específica

N° de referencia	Descripción del alimento	Simulantes			
		A	B	C	D o D'
01	BEBIDAS				
01.01	Bebidas no alcohólicas o bebidas alcohólicas con contenido alcohólico < 5% (v/v): aguas, sidras, jugos de frutas u hortalizas simples o concentrados, mostos, néctares frutales, limonadas y aguas minerales, jarabes, bebidas amargas, infusiones, café, té, chocolate líquido, cervezas y otros.	X(a)	X(a)		
01.02	Bebidas alcohólicas con contenido alcohólico = 5% (v/v): bebidas descritas en 01.01 con contenido alcohólico = 5% (v/v); vinos, bebidas alcohólicas y licores.		X(1)	X(2)	

01.03	Alcohol etílico sin desnaturalizar	X(1)	X(2)
02	CEREALES Y PRODUCTOS FARINACEOS		
02.01	Almidones y féculas		
02.02	Cereales, sin procesar, inflados, en hojuelas, en escamas, palomitas de maíz, fécula de maíz (alimentos con grasa en la superficie, ver ítem 08.10)		
02.03	Harinas de cereales y sémolas		
02.04	Pastas alimenticias		
	A. secas		
	B. frescas con sustancias grasas en su superficie	X	X/5
	C. frescas sin sustancias grasas en su superficie	X	
02.05	Productos de panadería y pastelería, bizcochos, tortas, productos horneados, secos		
	A. con sustancias grasas en su superficie		X/5
	B. sin sustancias grasas en su superficie		
02.06	Productos de panadería y pastelería, tortas, productos horneados, húmedos.		
	A. con sustancias grasas en su superficie		X/5

	B. sin sustancias grasas en su superficie	X	
03	CHOCOLATE, AZÚCARES Y PRODUCTOS DE CONFITERÍA		
03.01	Chocolates, productos recubiertos con chocolate; susti- tutos de chocolate y productos recubiertos con sustitutos de chocolate.		X/5
03.02	Productos de confitería:		
	A. En forma sólida:		
	I. con sustancias grasas en su superficie		X/5
	II. sin sustancias grasas en su superficie		
	B. En pasta:		
	I. con sustancias grasas en su superficie		X/3
	II. húmedos	X	
03.03	Azúcar y productos azucarados:		
	A. en forma sólida		
	B. miel y similares	X	
	C. melazas y jarabes de azúcar	X	
04	FRUTAS, HORTALIZAS Y PRODUCTOS DERIVA- DOS		

04.01	Fruta entera, fresca o refrigerada			
04.02	Fruta procesada:			
	A. fruta seca o deshidratada, entera o en forma de harina o polvo.			
	B. fruta en trozos, puré o pasta	X(a)	X(a)	
	C. conservas de frutas (mermeladas y similares, fruta entera o en trozos o en forma de polvo o harina, conservada en medio líquido):			
	I. en medio acuoso	X(a)	X(a)	
	II. en medio oleoso	X(a)	X(a)	X
	III. en medio alcohólico (= 5% (v/v))		X(1)	X(2)
04.03	Frutas secas (maní, castaña, almendra, avellana, nuez, piñón, bellotas, etc.).			
	A. peladas, secas			X/5(3)
	B. peladas y tostadas			X/5(3)
	C. en forma de pasta o crema	X		X/3(3)
04.04	Hortalizas enteras, frescas o refrigeradas			

04.05	Hortalizas procesadas:				
	A. hortalizas secas o deshidratadas enteras o en forma de polvo o harina.				
	B. hortalizas cortadas o en forma de puré	X(a)	X(a)		
	C. hortalizas en conserva:				
	I. en medio acuoso	X(a)	X(a)		
	II. en medio oleoso	X(a)	X(a)		X
	III. en medio alcohólico (= 5% (v/v))		X(1)	X(2)	
05	GRASAS Y ACEITES				
05.01	Grasas y aceites animales y vegetales naturales o tratadas (incluyendo manteca de cacao, manteca fundida, grasa de cerdo)				X
05.02	Margarina, manteca y otros productos constituidos por emulsiones de agua en aceite				X/2

Nº de referencia	Descripción del alimento	Simulantes			
06	PRODUCTOS DE ORIGEN ANIMAL Y HUEVOS				

06.01	Pescado:				
	A. fresco, refrigerado, salado, ahumado	X			X/3(3)
	B. en pasta	X			X/3(3)
06.02	Crustáceos y moluscos (incluye ostras, caracoles, mejillones) no protegidos por sus valvas o caparazones	X			
06.03	Carnes de todas las especies zoológicas (incluye aves y productos de caza):				
	A. frescas, refrigeradas, saladas, ahumadas	X			X/4
	B. en pasta o cremas	X			X/4
06.04	Carnes procesadas (jamón, salames, tocinos, embutidos, etc.)	X			X/4
06.05	Conservas y semiconservas de carne y pescado:				
	A. en medio acuoso	X(a)	X(a)		
	B. en medio oleoso	X(a)	X(a)		X
06.06	Huevos sin cáscara:				

	A. en polvo o desecados				
	B. en otra forma	X			
06.07	Yemas de huevos:				
	A. líquidas	X			
	B. en polvo o congeladas				
06.08	Clara de huevo seca				
07	PRODUCTOS LÁCTEOS				
07.01	Leche:				
	A. entera				X(b)
	B. condensada				X(b)
	C. descremada o parcialmente descremada				X(b)
	D. entera en polvo				X/5
	E. descremada o parcialmente descremada en polvo				
07.02	Leches fermentadas, como yogur o productos similares		X		X(b)
07.03	Crema y crema ácida		X(1)		X(b)

07.04	Quesos				
	A. enteros, con corteza no comestible				
	B. todos los otros tipos	X(a)	X(a)		X/3(3)
07.05	Cuajo:				
	A. en forma líquida o viscosa	X(a)	X(a)		
	B. en polvo o seco				
07.06	Postres lácteos refrigerados:				
	A. no grasos	X			
	B. grasos				X(b)
08	PRODUCTOS MISCELANEOS				
08.01	Vinagre		X		
08.02	Alimentos fritos o tostados:				
	A. papas fritas, frituras y similares				X/5
	B. de origen animal				X/4
	Preparaciones para sopas y caldos, líquidas, sólidas o en polvo (extractos, concentrados); preparaciones alimentarias compuestas				

08.03	homogeneizadas, comidas preparadas:				
	A. en polvo o desecadas:				
	I. con sustancias grasas en su superficie				X/5
	II. sin sustancias grasas en su superficie				
	B. líquidas o en pasta:				
	I. con sustancias grasas en su superficie	X(a)	X(a)		X/3
	II. sin sustancias grasas en su superficie	X(a)	X(a)		
08.04	Levaduras y agentes leudantes				
	A. en pasta	X(a)	X(a)		
	B. secos				
08.05	Sal				
08.06	Salsas:				
	A. sin sustancias grasas en su superficie	X(a)	X(a)		
	B. mayonesa, salsas derivadas de la mayonesa, aderezos para ensaladas y otras emulsiones de aceite en agua	X(a)	X(a)		X/3

	C. salsa conteniendo aceite y agua formando dos fases distintas	X(a)	X(a)		X
08.07	Mostaza (excepto mostaza en polvo contemplada en ítem 08.17)	X(a)	X(a)		X/3(3)
08.08	Sándwiches, pan tostado y similares conteniendo todo tipo de alimentos:				
	A. con sustancias grasas en su superficie				X/5
	B. sin sustancias grasas en su superficie				
08.09	Helados:				
	A. helados de base no láctea (agua, jugo de fruta)		X		
	B. helados a base de leche				X/5
08.10	Alimentos secos:				
	A. con sustancias grasas en su superficie				X/5
	B. sin sustancias grasas en su superficie				
08.11	Alimentos congelados o supercongelados				

N° de referencia	Descripción del alimento	Simulantes	
08.12	Extractos concentrados de contenido alcohólico = 5% (v/v)	X(1)	X(2)
08.13	Cacao:		
	A. en polvo		X/5(3)
	B. en pasta		X/3(3)
08.14	Café, tostado o no, descafeinado, soluble, sucedáneos del café, granulado o en polvo		
08.15	Extractos de café líquido	X	
08.16	Hierbas aromáticas y otras hierbas, té		
08.17	Especias y aderezos en estado natural, mostaza en polvo		

(a): Usar sólo uno de los dos simulantes:

– El A para alimentos de $\text{pH} > 4.5$

– El B para alimentos de $\text{pH} = 4.5$

(b): Este ensayo se realizará con solución de etanol al 50% (v/v) en agua destilada o desionizada como simulante.

(1): Este ensayo se realizará sólo si el alimento tiene un pH = 4.5.

(2): Este ensayo debe realizarse en el caso de líquidos o bebidas de contenido alcohólico superior al 10% (v/v) con soluciones acuosas de etanol de similar contenido alcohólico.

(3): Si se demuestra por medio de algún ensayo adecuado que no existe contacto graso con la muestra plástica, no es necesario realizar el ensayo con simulante D o D'.

2.3.4. Tiempos y temperaturas de los ensayos de migración total y específica.

2.3.4.1. Los ensayos de migración se llevarán a cabo en las condiciones de tiempo y temperatura establecidas en la Tabla 3 en el caso de usar los simulantes A, B, C y D', y en la Tabla 4 en el caso de usar simulante D, equivalentes a las condiciones previsibles más severas de contacto de los materiales, envases y equipamientos plásticos con el alimento, o a la máxima temperatura y tiempo de uso que conste en su rotulación o en las instrucciones de uso, de existir estas.

Para los materiales, envases y equipamientos plásticos destinados a estar en contacto con alimentos en dos o más condiciones de tiempo y temperatura en serie, la muestra deberá ser sometida al ensayo de migración sucesivamente a las dos o más condiciones de ensayo equivalentes, correspondientes a las condiciones de contacto previsibles más severas, usando la misma porción de simulante.

2.3.4.2. Cuando en el material, envase o equipamiento plástico o en las instrucciones de uso no haya indicación sobre la máxima temperatura recomendada de uso en las condiciones previsibles de elaboración, almacenamiento y consumo, el ensayo de migración se realizará durante 4 horas a 100°C (o a temperatura de reflujo) con los simulantes A, B o C, y durante 2 horas a 175°C con el simulante D', o en las condiciones equivalentes para el simulante D (Tabla 4).

2.3.4.3. Cuando en el material, envase o equipamiento plástico o en las instrucciones de uso se indique que el mismo se puede utilizar en contacto con alimentos a temperatura ambiente o menor, o cuando por su naturaleza el material, envase o equipamiento esté claramente destinado a utilizarse en contacto con alimentos a temperatura ambiente o menor, el ensayo de migración se realizará durante 10 días a 40°C.

2.3.4.4. Para un determinado tiempo de contacto, si el material, envase o equipamiento plástico cumple con los límites de migración a una determinada temperatura, no es necesario repetir el ensayo de migración a una temperatura menor.

2.3.4.5. Para una determinada temperatura de contacto, si el material, envase o equipamiento plástico cumple con los límites de migración a un determinado tiempo, no es necesario repetir el ensayo de migración a un tiempo menor.

Tabla 3: Condiciones convencionales para el ensayo de migración con los simulantes A, B, C y D'

Condiciones de contacto previsibles más severas	Condiciones de ensayo equivalentes (para simulantes A, B, C y D; para simulante D, ver Tabla 4)
Tiempo de contacto (t)	Tiempo de ensayo
$t = 5 \text{ min}$	(1)
$5 \text{ min} < t = 30 \text{ min}$	30 min
$30 \text{ min} < t = 1 \text{ h}$	1 h
$1 \text{ h} < t = 2 \text{ h}$	2 h
$2 \text{ h} < t = 4 \text{ h}$	4 h
$4 \text{ h} < t = 24 \text{ h}$	24 h
$t > 24 \text{ h}$	10 días

Temperatura de contacto (T)	Temperatura de ensayo
$T = 5^{\circ}\text{C}$	5°C
$5^{\circ}\text{C} < T = 20^{\circ}\text{C}$	20°C
$20^{\circ}\text{C} < T = 40^{\circ}\text{C}$	40°C
$40^{\circ}\text{C} < T = 70^{\circ}\text{C}$	70°C
$70^{\circ}\text{C} < T = 100^{\circ}\text{C}$	100°C
$100^{\circ}\text{C} < T = 121^{\circ}\text{C}$	121°C (2)
$121^{\circ}\text{C} < T = 130^{\circ}\text{C}$	130°C (2)
$130^{\circ}\text{C} < T = 150^{\circ}\text{C}$	150°C (2)
$T > 150^{\circ}\text{C}$	175°C (1) (2)

Min: minutos; h: hora.

(1): en aquellos casos en que las condiciones reales de contacto del material plástico y el alimento no estén adecuadamente contempladas por las condiciones de ensayo de la presente tabla (por ejemplo, tiempos de contacto menores que 5 minutos o temperaturas de contacto mayores que 175°C), se podrán usar otras condiciones de contacto más apropiadas a cada caso en evaluación, siempre que las condiciones elegidas representen las condiciones de contacto previsibles más severas.

(2): Esta temperatura corresponde solo en el caso de utilizar el simulante D'.

Para los simulantes D, ver la Tabla 4.

Para los simulantes A, B y C la temperatura del ensayo de migración será de 100°C (o temperatura de reflujo), durante un tiempo igual a 4 (cuatro) veces el tiempo seleccionado de acuerdo con las reglas generales establecidas precedentemente en 2.3.4.1. (es decir, el tiempo de ensayo equivalente al tiempo de contacto previsible más severo, que figura en esta Tabla, o el tiempo de uso recomendado en la rotulación del material, envase o equipamiento plástico, de existir esta).

2.3.4.6. En la determinación de la migración específica de sustancias volátiles, los ensayos con simulantes deben ser realizados en sistemas cerrados de tal forma que eviten la pérdida de sustancias volátiles susceptibles de migrar, que puedan ocurrir en las condiciones de contacto previsibles más severas con los alimentos (Anexo A de la Norma EN 13130-1:2005 – *“Materiales y artículos en contacto con alimentos. Sustancias plásticas sometidas a limitaciones. Parte 1: Guía de métodos de ensayo para la migración específica de sustancias procedentes de materiales plásticos a los alimentos y simulantes de alimentos, determinación de sustancias en los materiales plásticos y selección de las condiciones de exposición a los simulantes de alimentos”*).

2.3.4.7. Para los ensayos de migración de materiales, envases, y equipamientos plásticos destinados al uso en hornos de microondas, se podrá usar tanto un horno convencional como un horno de microondas, que permitan mantener las condiciones de tiempo y temperatura de ensayo establecidas en las Tablas 3 y 4. Para determinar la temperatura de ensayo, se aplicará el método descrito en la Norma EN 14233 – *“Materiales y artículos en contacto con productos alimenticios. Plásticos. Temperatura de la interface plástico/alimento. Determinación de la temperatura de materiales y artículos de plástico en la interface plástico/alimento durante el calentamiento en horno microondas y convencional con el fin de seleccionar la temperatura apropiada para los ensayos de migración”*.

2.3.4.8. Si se observa que, durante la realización del ensayo de migración en las condiciones de contacto establecidas en las Tablas 3 o 4, la muestra sufre cambios físicos o de otra naturaleza, que no ocurren en las condiciones previsibles más severas de contacto real con los alimentos, el ensayo se realizará en las condiciones reales más severas.

2.3.4.9. Si el material, envase y equipamiento plástico está destinado a ser usado por períodos de tiempo menores que 15 minutos a temperaturas entre 70°C y 100°C (por ejemplo, durante el llenado en caliente de alimentos) y esta circunstancia está así indicada en la rotulación o en las instrucciones de uso, el ensayo se llevará a cabo durante 2 horas a 70°C, y no en las condiciones establecidas en la Tabla 3.

2.3.4.10. Ensayos de migración con simulante D.

La Tabla 4 establece algunos ejemplos de las condiciones de ensayos de migración consideradas convencionalmente las más usuales con simulante D' y las correspondientes a los simulantes D.

Para fijar otras condiciones de ensayo de migración no contempladas en la Tabla 4, se usará esta como ejemplo orientativo, así como también la información sobre la experiencia existente para el tipo de polímero en evaluación.

Para el cálculo de los resultados de los ensayos de migración, se deberán usar los factores de reducción (“n”) por simulante graso D o D' establecidos en la Tabla 2, tal como se explica en el ítem 2.3.3.

Tabla 4: Condiciones de tiempo y temperatura para el ensayo de migración con simulante D

Condiciones de tiempo y temperatura con simulante D'	Condiciones de tiempo y temperatura con simulante D		
	Isooctano	Solución acuosa de etanol al 95% (v/v)	MPPO (óxido de polifenileno modificado)
10 d a 5°C	12 h a 5°C	10 d a 5°C	--
10 d a 20°C	1 d a 20°C	10 d a 20°C	--
10 d a 40°C	2 d a 20°C	10 d a 40°C	--
2 h a 70°C	30 min a 40°C	2 h a 60°C (1)	--

30 min a 100°C	30 min a 60°C (1)	2,5 h a 60°C (1)	30 min a 100°C
1 h a 100°C	1 h a 60°C (1)	3 h a 60°C (1)	1 h a 100°C
2 h a 100°C	1,5 h a 60°C (1)	3,5 h a 60°C (1)	2 h a 100°C
30 min a 121°C	1,5 h a 60°C (1)	3,5 h a 60°C (1)	30 min a 121°C
1 h a 121°C	2 h a 60°C (1)	4 h a 60°C (1)	1 h a 121°C
2 h a 121°C	2,5 h a 60°C (1)	4,5 h a 60°C (1)	2 h a 121°C
30 min a 130°C	2 h a 60°C (1)	4 h a 60°C (1)	30 min a 130°C
1 h a 130°C	2,5 h a 60°C (1)	4,5 h a 60°C (1)	1 h a 130°C
2 h a 150°C	3 h a 60°C (1)	5 h a 60°C (1)	2 h a 150°C
2 h a 175°C	4 h a 60°C (1)	6 h a 60°C (1)	2 h a 175°C

min: minutos; h: horas; d: días

(1): los simulantes volátiles se usan hasta una temperatura de 60 °C. Un requisito para el uso de simulante D, en vez de usar el simulante D', es que el material, envase o equipamiento plástico en contacto soporte las condiciones del ensayo. Se debe sumergir una probeta de la muestra en el simulante D' en las condiciones seleccionadas de la Tabla 4, y si las propiedades físicas de la misma cambian (por ejemplo, si se observa ablandamiento o fusión, o deformación, etc.), entonces el material se considera inadecuado para usar a esa temperatura. Si las propiedades físicas no cambian, entonces se procederá a la realización del ensayo de migración con el simulante D.

2.3.5. Determinación de migración total

2.3.5.1. Metodología con simulantes A, B, C y D

Se deben aplicar los métodos descritos en las Normas EN Serie 1186 (EN 1186-1 “*Materiales y artículos en contacto con productos alimenticios. Plásticos. Parte 1: Guía para la elección de condiciones y métodos de ensayo para la migración global*” y complementarias).

2.3.5.2. Metodología con simulante D'

En el caso de realizar los ensayos de migración total con simulante D', se deben aplicar los distintos métodos descritos en las Normas EN Serie 1186 correspondientes a ensayos con aceites comestibles y mezclas de triglicéridos sintéticos.

2.3.6. Determinación de migración específica

Se deben aplicar los métodos descritos en las Normas EN Serie 13130 (EN 13130-1 “*Materiales y artículos en contacto con alimentos. Sustancias plásticas sometidas a limitaciones. Parte 1: Guía de métodos de ensayo para la migración específica de sustancias procedentes de materiales plásticos a los alimentos y simulantes de alimentos, determinación de sustancias en los materiales plásticos y selección de las condiciones de exposición a los simulantes de alimentos*” y complementarias).

Finalizados los contactos entre las muestras y los simulantes correspondientes de las Tablas 1 y 2, en las condiciones establecidas en las Tablas 3 y 4 de este Documento Técnico, se determinará en los extractos obtenidos, de acuerdo con la metodología citada en el párrafo anterior, la migración específica de sustancias con los métodos disponibles en las Normas EN Serie 13130. En caso que los métodos analíticos no se encuentren contemplados en la mencionada norma o se utilicen métodos diferentes o métodos propios, se deberán utilizar técnicas analíticas instrumentales con sensibilidad

adecuada (por ejemplo espectrometría de absorción o emisión, cromatografía gaseosa, cromatografía líquida de alta eficacia, etc.). En este evento, el límite funcional o de cuantificación, según corresponda, del método de ensayo utilizado, deberá ser igual o inferior al de los métodos establecidos.

En el caso que se modifiquen los métodos establecidos en la presente resolución, se utilicen métodos diferentes o métodos propios, se deberán utilizar técnicas analíticas instrumentales validadas con sensibilidad adecuada (por ejemplo espectrometría de absorción o emisión, cromatografía gaseosa, cromatografía líquida de alta eficacia, etc.).

2.3.7. Determinación de migración total y específica en materiales, envases y equipamientos plásticos de uso repetido.

Cuando un material, envase o equipamiento esté destinado a entrar en contacto repetidas veces con productos alimenticios, inclusive los envases retornables, el ensayo de migración deberá llevarse a cabo tres veces sobre una misma muestra, usando simulante virgen en cada ocasión (salvo en el caso del simulante D', en cuyo caso deberá usarse simulante D).

La conformidad del material, envase o equipamiento con los límites de migración se establecerá sobre la base del nivel de migración que se determine en los tres ensayos.

Si existen pruebas concluyentes de que para determinados materiales el nivel de migración no aumenta en el segundo y tercer ensayo, no es necesario realizar estos dos últimos ensayos.

Por otro lado, si hay evidencia de que el uso y lavado repetidos degradan el material, envase o equipamiento, que conlleve a un aumento de la migración, tanto total como específica, se deberán realizar las evaluaciones pertinentes a fin de asegurar la conformidad con el presente documento.

2.3.8. Metodologías analíticas oficiales para análisis y control de las sustancias de restricción:

ANALITO DE INTERÉS	REFERENCIA DEL MÉTODO ANALÍTICO
--------------------	---------------------------------

Bisfenol A	Método EN 13130-13:2005
Aminas aromáticas primarias no sulfonadas	DIN 55610 “Ensayo de pigmentos y colorantes solubles en disolventes; determinación de aminas aromáticas primarias no sulfonadas” (1986). También método de análisis N° 212 de la ETAD (Asociación Ecológica y Toxicológica de la Industria Manufacturera colorantes)
N-Nitrosaminas*	AOAC Official Method 987.05 N-nitrosaminas en Tetinas de Biberón. Método de cromatografía de gas. Primera Acción 1987. AOAC edición 18ª, capítulo 48, p. 8.

* Para efectos de la extracción de N-Nitrosaminas, se podrá utilizar el método establecido en los anexos I y II de la DIRECTIVA 93/11CEE DE LA COMISIÓN (COMUNIDAD EUROPEA).

2.8.9. Ensayos para el pigmento negro de humo. Se utilizarán métodos de cuantificación con sensibilidad, precisión y exactitud adecuada para verificar el cumplimiento de los límites establecidos.

3. Ensayo de migración total de envases y equipamientos plásticos en contacto con alimentos

3.1. Condiciones para realizar los ensayos de migración.

3.1.1. En los ensayos de migración se realizará el contacto de los materiales plásticos con los simulantes, en las condiciones de tiempo y temperatura seleccionados de acuerdo con la Tabla 1, de modo de reproducir las condiciones normales o previsibles de elaboración, fraccionamiento, almacenamiento, distribución, comercialización y consumo del alimento:

A. Elaboración: condiciones que se verifican por plazos generalmente breves, tales como fases de pasterización, esterilización, acondicionamiento en caliente, etc.

B. Almacenamiento: contacto prolongado durante el almacenamiento a temperatura ambiente o en refrigeración.

C. Consumo: calentamiento del alimento dentro del mismo envase antes de su ingesta; uso de utensilios domésticos de plástico en contacto con alimentos.

3.1.2. Si un envase o equipamiento plástico se usa sucesivamente en varias de las condiciones de contacto de la Tabla 1, los ensayos de migración se realizarán sometiendo las muestras sucesivamente a esas condiciones de ensayo, usando el mismo simulante.

3.1.3. Para un determinado tiempo de contacto, si el material plástico cumple el ensayo de migración a una determinada temperatura, no es necesario repetirlo a menor temperatura.

3.1.4. Para una determinada temperatura de contacto, si el material plástico cumple el ensayo de migración a determinado tiempo, no es necesario repetirlo a menor tiempo.

3.1.5. Siempre que las condiciones de temperatura y tiempo de contacto no se encuadren en las condiciones impuestas en la Tabla 1 deberán ser seguidas las condiciones que más se aproximen a las reales de uso.

3.1.6. Para mantener las muestras a la temperatura seleccionada se podrán usar cuando corresponda: refrigerador, baño María, autoclave u horno microondas.

3.2. Determinación de migración total

3.2.1. Procedimientos con simulantes acuosos y n-heptano

3.2.1.1. Tratamiento de muestras

Preparar un número de muestras tal que la superficie de contacto de las mismas sea 600 cm² aproximadamente. Las muestras se lavan primero con un chorro de agua corriente, luego con agua destilada, y se secan.

3.2.1.2. Tipo de muestra

A) Envase final (rígido, semirrígido o flexible): Llenar con simulante a la temperatura seleccionada; cubrir, tapar o sellar el envase, y dejar a la temperatura de ensayo durante el tiempo indicado;

B) Material plástico genérico (película, flexible, probetas rígidas, revestimiento polimérico, etc.): preparar probetas de una superficie de contacto de 600 cm² aprox. (Sumatoria de todas las superficies en contacto); colocarlas en un vaso de precipitado con un volumen de simulante de tal forma que la relación área del material en contacto/volumen esté comprendida entre 2 y 0.5 cm²/ml, a la temperatura seleccionada, cubrir el vaso con un vidrio de reloj o similar y dejar a temperatura de ensayo durante el tiempo indicado.

Nota: Cuando el material para el análisis es un barniz o esmalte, sin título debe ser aplicado en placas de vidrio esmerilado;

C) Elementos de cierre (tapas, tapones, guarniciones) y otros objetos de área pequeña (por ej.: palitos de chupetines, cucharitas para helados, etc.) de un único uso: Colocar un número suficiente (n) de los mismos de modo que el área sea de 600 cm² aproximadamente, en un vaso de precipitado con un volumen simulante de tal forma que la relación área/volumen esté comprendida entre 2 y 0.5 cm²/ml a la temperatura seleccionada; cubrir el vaso, dejar a temperatura de ensayo durante el tiempo indicado;

D) Materiales y artículos compuestos de dos o más capas de plásticos: En este caso el ensayo se realiza siguiendo el procedimiento de modo tal que el simulante esté en contacto solo con las partes de la muestra que durante el uso real están en directo contacto con los alimentos.

E) Equipamientos destinados a entrar en contacto con alimentos: (utensilios, partes de equipo, etc.): Se procede de acuerdo con: a, b, o c, según las condiciones reales de uso.

3.2.1.3. En todos los casos se realizarán pruebas en blanco; con una cantidad igual del simulante empleado en la prueba original.

3.2.1.4. Transcurrido el tiempo de los ensayos de migración, se retiran las muestras del vaso de precipitado en los casos 2.1.2.

(b), (c), y (d), o se vierte el simulante en un vaso de precipitado en el caso 2.1.2. (a) y (d). Las muestras se retiran, se lavan y se escurren con el mismo simulante utilizado en la prueba, que se incorpora junto al simulante de la prueba. Después de las pruebas de migración, el simulante utilizado no debe presentar coloración visible ni olores extraños.

Se evapora el simulante hasta reducirlo a un pequeño volumen: luego se lo traslada cuantitativamente a una cápsula tarada, se continúa la evaporación en baño María y luego en estufa de 100°C +/-5°C hasta sequedad (1).

La cápsula se enfría en desecador y se lleva a peso constante. Se procede de la misma manera con el blanco, y se reduce el peso de residuo antes obtenido, obteniéndose así el residuo seco del ensayo de migración (R), que luego se incorpora al cálculo de la migración total (2).

Notas:

(1) En el caso de n-heptano, el volumen del mismo deberá ser reducido en destilador evaporador rotatorio con recuperación de este solvente; luego, las últimas porciones se pasan a una cápsula tarada, y se prosigue como se indicó anteriormente.

(2) en caso que el simulante sea n-heptano el valor del residuo seco debe ser dividido por 5. Si el valor de migración total correspondiente resulta superior al límite establecido, se somete el residuo seco a una extracción con cloroformo según la siguiente técnica: se añade al residuo seco en la misma cápsula 50 ml de cloroformo, se calienta cuidadosamente y se filtra sobre papel Whatman número 41, lavando el papel del filtro con el mismo solvente recogiendo el filtrado en una cápsula tarada. Evaporar el solvente y se seca en estufa a 110°C.

Se enfría en desecador, se pesa el nuevo residuo seco, y ese resultado se divide por 5 para ser usado en el cálculo final.

3.2.1.6. Cálculo

En el caso de envases y equipamientos de capacidad superior o igual a 250 ml, la migración total Q se calcula con la fórmula:

$$Q=(R/A).(S/V)$$

Donde:

Q:	migración total, en mg/kg
R:	masa del residuo seco, en mg
A:	área total de contacto de la muestra con el simulante en dm ²
S/V:	relación área/masa de agua correspondiente al volumen de contacto real entre el material plástico y el alimento, dm ² /kg de agua.

Cuando el ensayo de migración se efectúa sobre el material plástico genérico y no sobre el envase final, se usa la relación S/V real. Si esta relación no se conoce, podrá usarse una relación $S/V = 6$ dm²/litro.

Cuando en el ensayo se usa en envase final, entonces $A = S$, por lo tanto:

$$Q = R/V.$$

Donde:

Q:	migración total, en mg/kg
R:	masa del residuo seco, en mg

V:	masa de agua, correspondiente al volumen del envase, en kg.
----	---

La migración puede expresarse también en mg/dm², mediante la fórmula:

$$Q = R/A$$

Donde:

Q:	migración total, en mg/dm ²
R:	masa del residuo seco, en mg
A:	área total de contacto de la muestra con el simulante, en dm ² .

En caso del ensayo de migración de las muestras del ítem 2.1.2 (c), la migración Q se calcula del siguiente modo:

$$Q = R(nV)$$

Donde:

Q:	migración total, en mg/kg
R:	masa del residuo seco, en mg
N:	números de muestras ensayados

V:	masa de agua correspondiente al volumen del recipiente en cual se usarán los elementos de cierre u otros objetos.
----	---

Tolerancias analíticas:

Las tolerancias analíticas serán las siguientes: 5 mg/kg o 0.8 mg/dm² en los ensayos de migración total (dependiendo de la forma de expresión de los resultados).

3.2.2. Envases de equipamiento plásticos de uso repetido cuando un envase o equipamiento se destina a entrar en contacto repetidas veces con productos alimenticios, con excepción de los envases retornables que son objeto de una normativa específica, el ensayo de migración deberá llevarse a cabo tres veces sobre una misma muestra, usando cada vez cantidades nuevas de simulante.

La aprobación de este tipo de envase o equipamiento dependerá del nivel de migración que se determine en la tercera prueba. El resultado final será el nivel obtenido en la tercera prueba pero en los tres ensayos el límite de migración no podrá ser excedido.

Tabla 1: Condiciones para los ensayos de migración condiciones de ensayo

Condiciones de contacto en el uso real	Simulante a	Simulante b	Simulante c	Simulante d	Simulante e
	Agua destilada	Ácido acético 3%	Etanol 15%	Heptano (**)	Aceite de oliva

A)
CONSERVACIÓN

(contac.prolongad
o d (t > 4 h) T < 5
C 5°C < t < 40°C

5°C/10d

5°C/10 d

5°C-10 d

5°C-30
min

5°C-10 d

40°C/10d

40°C/10 d

40°C-10 d

20°C-30
min

40°C-10 d

B) CONTACTO BREVE

d (t > 4 h) T < 5 a
temper. ambiente

40°C/24 h

40°C/24 h

40°C-20 h

20°C-15
min

40°C-24 h

C) CONTACTO MOMENTANEO

(t < 2h) a temper.
Ambiente

40°C/2 h

40°C/2 h

40°C-2 h

20°C-15
min

40°C-2 h

D) ELABORACION

40°C < T < 80°C

80°C/2 h

80°C/2 h

80°C-2 h

40°C/15
min

80°C/2 h

80°C < T < 100°C

100°C/30
min

100°C/30
min

50°C/15
min

100°C/30
min

T < 100°C

120°C/30
min

120°C/30
min

60°C/15
min

120°C/30
min

(*) Los resultados obtenidos con aceite de oliva deben dividirse por los factores de reducción especificadas.

(**) Los resultados obtenidos con heptano deben dividirse por cinco (5). d= días / h= horas / m = minutos.