

MERCOSUR\GMC\RES N° 86/93

**DETERMINACION DE MONOMERO
DE ESTIRENO RESIDUAL**

VISTO : El Art .13 del Tratado de Asunción, el Art .10 de la Decisión N° 4/91 del Consejo del Mercado Común, la Resolución N° 56/92 del Grupo Mercado Común, y la Recomendación N° 57/93 del Subgrupo de Trabajo N° 3 "Normas Técnicas".

CONSIDERANDO :

Que en la Resolución N° 56/92, en el Anexo "Disposiciones Generales para Envases y Equipamientos Plásticos" se determinó que los envases y equipamientos plásticos en contacto con alimentos deben cumplir con los requisitos establecidos en el reglamento técnico específico,

Que de acuerdo con estos criterios, se considera conveniente disponer de un reglamento común sobre el método de determinación del límite de composición del monómero de estireno en envases y equipamientos de polietileno y sus "copolímero" en contacto con alimentos.

**EL GRUPO MERCADO COMUN
RESUELVE :**

Art 1-La norma de monómero de estireno residual en envases hechos con estireno y sus "copolímeros" destinados a entrar en contacto con alimentos, que se comercializan entre los Estados Partes del MERCOSUR, se determinará de acuerdo con lo establecido en el Reglamento Técnico Adjunto "DETERMINACION DE MONOMERO DE ESTIRENO RESIDUAL"

Art 2-Los Estados Partes del MERCOSUR pondrán en vigencia las disposiciones legislativas, reglamentarias y administrativas necesarias para dar cumplimiento a la presente Resolución y comunicarán el texto de las mismas al Grupo Mercado Común a través de la Secretaría Administrativa.

A N E X O

DOCUMENTO SOBRE DETERMINAÇÃO DE MONÔMERO DE ESTIRENO RESIDUAL

1. ALCANCE

Este regulamento técnico se aplica à determinação de estireno em embalagens e equipamentos plásticos elaborados com poliestireno (PS) e outros copolímeros que utilizem este monômero e que se destinem a entrar em contato com alimentos.

2. FUNDAMENTO

A determinação de estireno é efetuada por cromatografia em fase gasosa, após dissolução da amostra em cloreto de metileno. São descritos, como exemplo, dois métodos cromatográficos que poderão ser utilizados, dependendo da disponibilidade do equipamento no laboratório de controle (Métodos A e B).

3. EQUIPAMENTOS

3.1 Cromatógrafo a gás com detetor de ionização de chama

3.2 Coluna cromatográfica que permita a separação dos picos correspondentes ao estireno e ao cloreto de metileno:

3.2.1 Método A: coluna de 2,0m de comprimento e 3,2 mm de diâmetro interno, empacotada com succinato de dietilenoglicol (DEGS) a 10%, em Chromosorb 80/100.

3.2.2 Método B: Coluna de 1,8 m de comprimento e 3,2 mm de diâmetro interno, empacotada com 20% SE-30 sobre Anakron ABS.

3.3 Agitador magnético.

4. REAGENTES

4.1 Método A:

4.1.1. gás nitrogênio

4.1.2. ar sintético, purificado

4.1.3. gás hidrogênio

4.1.4. cloreto de metileno, redestilado

4.1.5. monômero de estireno, redestilado

4.2 Método B:

4.2.1. gás argônio

4.2.2. gás oxigênio

4.2.3. gás hidrogênio

4.2.4. acetona p.a.

4.2.5. metanol p.a.

4.2.6. cloreto de metileno, redestilado

4.2.7. monômero de estireno, redestilado

24

Advertência: O estireno é levemente tóxico por inalação, pode causar irritação nas mucosas, principalmente na ocular e é inflamável, por isso deve-se trabalhar em capela.

5. CONDIÇÕES DE OPERAÇÃO RECOMENDADAS

5.1 Métodos A:

- 5.1.1 Temperatura da coluna: 75°C (isoterma)
- 5.1.2 Temperatura do detetor: 200°C
- 5.1.3 Temperatura do injetor: 150°C
- 5.1.4 Fluxo de nitrogênio 30 ml/min
- 5.1.5 Sensibilidade: 10^{-9}
- 5.1.6 Volume injetado: 1,0 mm (μ l)
- 5.1.7 Fluxo de gases do detetor: Ar sintético: 300 ml/minuto
Hidrogênio: 30 ml/minuto

5.2 Método B:

- 5.2.1 Temperatura da coluna: 130°C
- 5.2.2 Temperatura do detetor: 250°C
- 5.2.3 Temperatura do injetor: 150°C
- 5.2.4 Sensibilidade: 10^{-9}
- 5.2.5 Volume injetado: 1,0 mm (μ l)
- 5.2.6 Fluxo de argônio: 20ml/min
- 5.2.7 Fluxo de gases do detetor: Hidrogênio: 20ml/min
Oxigênio: 40ml/min

6. PROCEDIMENTO

6.1 Preparação dos padrões

6.1.1 Método A:

Pesar 15 mm (μ l) de monômetro de estireno em um balão volumétrico de 25ml. Completar o volume com cloreto de metileno. Efetuar as diluições necessárias em função de teor de estireno na amostra.

6.1.2 Método B:

Colocar acetona em um frasco de 60ml, previamente tarado, até a altura do gargalo. Pesquisar novamente o sistema, após fechamento e selagem do frasco, para a determinação da massa exata de acetona.

Adicionar então ao conteúdo do frasco um volume conhecido de estireno (por ex: 2,5 mm (μ l)), com o auxílio de uma micro-seringa. Pesar novamente o frasco para a determinação da massa de estireno. Calcular a concentração de estireno na solução-padrão em termos de microgramas de estireno por mm (μ l) de solução, considerando a densidade da acetona a 20 C (0,79 g/ml). Preparar vários padrões de maneira a cobrir a faixa de concentração desejada.

6.2 Preparação da amostra

6.2.1 Método A:

Cortar a amostra em pedaços pequenos de área menor que 10 mm por 2mm. Pesar exatamente cerca de 0,300 g de amostra em um balão volumétrico de 10ml, completando o volume com cloreto de metileno. Caso persista algum resíduo insolúvel, separar esse resíduo por centrifugação ou decantação.

6.2.2. Método B:

Cortar a amostra em pedaços pequenos de área menor que 10mm por 2,0 mm. Pesar cerca de 3,0 g da amostra, com precisão de 0,1 mg, em bquer de 150ml. Adicionar ao bquer, lentamente e sob agitação, 20ml de cloreto de metileno. Após total dissolução da amostra, acrescentar 30ml de metanol para a precipitação do poliestireno. Filtrar o conteúdo de bquer sob vácuo e separar o filtrado. Para garantir a total extração do estireno, repetir com o precipitado o procedimento de dissolução e precipitação do polímero. Filtrar sob vácuo. Juntar os dois filtrados em um balão volumétrico, completando o volume para 100ml com metanol.

6.3 Análise cromatográfica

6.3.1 Método A:

Através de uma micro-seringa, injetar 1mm (μ l) da solução-padrão no cromatógrafo a gás. Medir a área do pico de monômero de estireno. Injetar 1 mm (μ l) da solução da amostra utilizando-se a técnica de "flush", com solvente e ar, para evitar perdas de amostra por evaporação. Medir a área do pico resultante de estireno. Comparar com a área produzida pela solução-padrão.

6.3.2 Método B:

Injetar no cromatógrafo a gás 1 mm (μ l) de cada solução-padrão e traçar a curva-padrão: resposta cromatográfica x concentração de estireno em solução. Injetar 1 mm (μ l) da solução de amostra no cromatógrafo a gás. Medir a área do pico de estireno e comparar com a curva-padrão.

7. CÁLCULOS

Calcula-se a concentração de estireno da seguinte forma:

7.1 Método A:

$$\text{Conteúdo de estireno, em g/100g de amostra} = \frac{A_m \cdot C_p \cdot 10}{A_p \cdot C_m}$$

sendo:

- A_m = área do pico de amostra, em unidades de área
- A_p = área do pico do padrão, em unidades de área
- C_m = concentração da solução-padrão da amostra (em g de amostra/ml)
- C_p = concentração da solução-padrão (em µg de estireno/ml)

7.2 Método B:

$$\text{Conteúdo de estireno, em mg/Kg} = \frac{(R-b) \cdot 10^5}{a \cdot V_i \cdot M}$$

- R = resposta obtida na análise cromatográfica (unidades de área)
- b = coeficiente linear da curva-padrão (unidades de área)
- a = coeficiente angular da curva-padrão (unidades de área/µg de estireno)
- V_i = volume da amostra injetada (µl)
- M = massa da amostra (g)

8. LIMITE

O conteúdo máximo permitido de estireno é de 0,25g de estireno/100g de amostra (0,25%) ou 2500mg de estireno/Kg amostra na matéria plástica, como estabelecido na Resolução MERCOSUL correspondente à lista positiva de polímeros e resinas para embalagens e equipamentos plásticos em contato com alimentos.