

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3313:1997**

**DETERMINACIÓN DE LA
FRACCIÓN MÁXIMA
SOLUBLE EN XILENO DE
POLÍMEROS OLEOFÍNICOS
DESTINADOS A ESTAR EN
CONTACTO CON
ALIMENTOS**



PRÓLOGO

La Comisión Venezolana de Normas Industriales (**COVENIN**), creada en 1958, es el organismo encargado de programar y coordinar las actividades de Normalización y Calidad en el país. Para llevar a cabo el trabajo de elaboración de normas, la COVENIN constituye Comités y Comisiones Técnicas de Normalización, donde participan organizaciones gubernamentales y no gubernamentales relacionadas con un área específica.

La presente norma fue elaborada bajo los lineamientos del Comité Técnico de Normalización **CT16: Envases y Embalajes** por el Subcomité Técnico **SC7: Especificaciones sanitarias para materiales y envases para alimentos** a través del convenio de cooperación suscrito entre **CAVENVASE** y **FONDONORMA**, siendo aprobada por la COVENIN en su reunión N° **147** de fecha **09-07-1997**.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades: INDESCA, IVIC, INH "RAFAEL RANGEL", LABORATORIOS CAM, POLIOLEFINAS INDUSTRIALES, C.A., PROPILVEN, CENTRO DE QUÍMICA ANALÍTICA UCV, AVIPLA, MAVESA, DIRECCIÓN DE HIGIENE DE LOS ALIMENTOS M.S.A.S.

NORMA VENEZOLANA
DETERMINACIÓN DE LA FRACCIÓN MÁXIMA
SOLUBLE EN XILENO DE POLÍMEROS OLEOFÍNICOS
DESTINADOS A ESTAR EN CONTACTO CON ALIMENTOS

COVENIN
3313:1997

1 OBJETO

Esta norma Venezolana establece los procedimientos analíticos básicos para determinar la fracción máxima soluble en xileno de polímeros olefínicos (PEBD, PEAD, PELBD y PP) y sus copolímeros destinados a la fabricación de envases y empaques para alimentos

2 REFERENCIAS NORMATIVAS

Esta norma es completa

3 DEFINICIONES

Para el propósito de esta norma Venezolana se aplican las siguientes definiciones

3.1 Fracción Máxima soluble en xileno(FMSX): Son los residuos obtenidos en la disolución del polímero en xileno

3.2 Las poliolefinas y sus copolímeros: son polímeros manufacturados básicamente de la siguiente manera:

3.2.1. Polipropileno (PP): Polímero manufacturado mediante la polimerización catalítica del propileno.

3.2.2 Polietileno (PEBD, PEAD, PELBD): Polímero manufacturado mediante la polimerización catalítica del etileno o mediante polimerización vía radical libre.

3.2.3 Copolímeros manufacturados básicamente de la polimerización catalítica de:

3.2.3.1 Dos o más 1-alquenos, que poseen de 2 a 8 átomos de carbono.

3.2.3.2 4-metilpenteno-1 y 1-alquenos que posean de 6 a 8 átomos de carbono.

3.2.3.3 Copolímeros de etileno y propileno

3.2.3.4 Copolímeros de etileno y propileno que puedan contener no mas del 4,5 % p/p del total de las unidades del polímero derivado por copolimerización con el 1,4-hexadieno.

3.2.4 Pellets: granos o gránulos; forma física mediante la cual se mercadean usualmente las resinas poliméricas.

4 MÉTODOS DE ENSAYO

4.1 Método (A)

Utilizado para Polietileno de Alta Densidad (PEAD), Polietileno de Baja Densidad (PEBD), Polietileno Lineal de Baja Densidad (PELBD) y sus copolímeros

4.1.1 Principio

La muestra en pellets o película de la poliolefina es disuelta a través de un proceso de reflujo. La solución resultante se filtra y evapora con el objeto de cuantificar el residuo y reportar el resultado como porcentaje (% p/p) de la fracción máxima soluble en xileno

4.1.2 Aparatos

4.1.2.1 Bomba de vacío

4.1.2.2 Controlador de temperatura.

4.1.2.3 Plancha de agitación y calentamiento

4.1.2.4 Balanza analítica con apreciación de 0,0001 g

4.1.2.5 Desecador.

4.1.2.6 Manta de calentamiento.

4.1.2.7 Baño termostatzado

4.1.2.8 Erlenmeyer de 500 mL.

4.1.2.9. Balón de dos bocas (1/2 L).**4.2.10.** Balones de tres bocas (1 L).

4.1.2.11 Plato de Aluminio.

4.1.2.12 Pinzas.

4.1.2.13 Tijeras.

4.1.2.14 Filtros de papel con retención (*m) de 20-25 (rápido) y 2,5 (lento)

4.1.2.15 Bombona de nitrógeno con regulador

4.1.2.16 Cilindro graduado de 500 mL.

4.1.2.17 Agitadores magnéticos.

4.2.18 Horno con vacío

4.1.2.19 Sistema de reflujo

4.1.2.20 Sistema de destilación

4.1.2.21 Balón de 1 sola boca (125 ml).

4.1.2.22 Termómetro.

4.1.3 Reactivos

4.1.3.1 Xileno para análisis.

4.1.4. Materiales

4.1.4.1 Muestra en forma de Pellets o Películas de la poliolefina.

4.1.5 Preparación de la Muestra

4.1.5.1 Pellets no necesita preparación previa.

4.1.5.2 Película.

4.1.5.2.1 La película se corta en tiras de 20 cm. de largo por 2,5 cm. de ancho, las cuales se limpian con un paño impregnado en alcohol y posteriormente se cortan en trozos de 2,5 cm x 2,5 cm. para facilitar su disolución.

4.1.6 Procedimiento

4.1.6.1. Se pesan aproximadamente 1,25 g de la muestra (M)

4.1.6.2 La muestra se introduce en un balón de 1/2 L con un agitador magnético y 250 mL de xileno. Se coloca dentro de una manta de calentamiento con control de temperatura, sobre una plancha para agitación y conectado a un condensador para reflujo (vease Figura No. 1).

4.1.6.3 El proceso de reflujo se realiza por un período de dos horas a temperatura de ebullición con una agitación continua y moderada. Finalizado este período se deja enfriar al ambiente la solución, hasta alcanzar una temperatura entre 25° C y 30° C., luego se enfría en un baño a temperatura constante de 25° C ñ 0,1° C., durante al menos una hora.

Nota 1: Se recomienda no enfriar la solución bruscamente.

4.1.6.4 La solución a 25°C ñ 0,1° C se filtra primero a través de un papel de filtro rápido 20µm -25 *m y luego a través de un papel de filtro lento 2,5 *m.

Nota 2: Se recomienda la utilización de un Kitazato conectado a una bomba de vacío.

4.1.6.5 Se toma la solución filtrada y se destila en atmósfera inerte hasta reducir su volumen a unos 15 mL. (Vease Figura No.2).

Nota 3: El flujo de nitrógeno hacia la solución debe ser bajo y continuo así como el vacío debe ser lo suficientemente alto para lograr un flujo de destilación de 10 mL/min.

4.1.6.6 El concentrado obtenido de la destilación es trasvasado cuantitativamente a un plato de aluminio limpio y previamente pesado, el cual es colocado en una plancha de calentamiento para reducir su volumen a 5 mL aproximadamente y luego llevarlo a sequedad en un horno con vacío hasta obtener peso constante (M1).

4.2 Método B

Utilizado para Polipropileno (PP) y sus copolímeros.

4.2.1 Principio

La muestra de Polipropileno es disuelta en xileno a 120°C. La solución resultante se filtra a 25°C y se evapora con el objeto de cuantificar el residuo. El resultado se reporta como porcentaje de fracción máxima soluble en xileno

4.2.2 Aparatos

4.2.2.1 Bomba de vacío.

4.2.2.2 Plancha o baño de aceite con agitación y calentamiento.

4.2.2.3 Balanza analítica con apreciación de 0,0001 g.

4.2.2.4 Desecador.

4.2.2.5 Baño termostatzado.5.2.6. Balones de fondo plano o fiola de 120 ml.

4.2.2.6 Plato de Aluminio.

4.2.2.7 Pinzas.

4.2.2.8 Filtros de papel con retención (*m) de 20-25 (rápido).

4.2.2.9 Bombona de nitrógeno con regulador.

4.2.2.10 Cilindro graduado de 100 mL.

4.2.2.11 Agitadores magnéticos.

4.2.2.12 Horno con vacío.

4.2.2.13 Termómetro.

4.2.2.14 Campana para extracción de gases con tomas de nitrógeno.

4.2.3 Reactivos

4.2.3.1 En un litro de Xileno para análisis añada 0,02 g. de Ácido Bencenopropanoico, 3,5-bis(1,1 dimetiletil)-4-hidroxi,2,2,-bis[[3-[3,5-bis(1,1-dimetiletil)-4-hidroxifenil]-1-oxopropoxi] metil]-1,3propanediil ester, como antioxidante primario.

4.2.4 Materiales

4.2.4.1 Muestra en forma de Pellets del Polipropileno.

4.2.5 Preparación de la Muestra

4.2.5.1 Los pellets no necesitan preparación previa.

4.2.6 Procedimientos

4.2.6.1 En un papel parafinado se pesan aproximadamente 0,020 g. ñ 0,002 g de antioxidante y se disuelve en un volumen entre 150 mL y 200 mL de xileno, una vez disuelto el antioxidante, la solución se agrega cuantitativamente en un balón aforado de 1000 mL y se lleva a volumen con xileno.

4.2.6.2 En un papel parafinado se pesan aproximadamente 1,50 g ñ 0,01 g de Polipropileno en pellets (M).

4.2.6.3 La muestra se introduce en un balón de fondo plano o fiola de 120 mL con un agitador magnético recubierto por teflón y 100 mL ñ 1 mL de xileno con antioxidante. Esta mezcla es agitada y calentada a 120°C, colocando el envase encima de una plancha de calentamiento o baño de aceite con agitación, hasta lograr la disolución del polímero (aproximadamente de 15 min. a 20 min.).

4.2.6.4 Una vez disuelto el polímero se deja enfriar la solución al ambiente hasta alcanzar una temperatura de 30°C ñ 5°C (aproximadamente 1,5 horas) y es colocado en un baño a temperatura constante de 25°C ñ 0,5°C al menos 1 hora.

Nota 3: Se recomienda no enfriar la solución bruscamente.

4.2.6.5 La solución a 25°C, se filtra a través de un papel de filtro rápido con retención de 20µm -25 µm,

primero por gravedad y luego por succión para terminar de acelerar el proceso de filtración de los últimos 20 ml.

Nota 4: Se recomienda la utilización de un Kitazato conectado a una bomba de vacío.

4.2.6.6 Se toma la solución filtrada y se agrega en un vaso de precipitado de 250 mL., éste se coloca en una plancha de calentamiento con una temperatura entre 100°C y 120°C hasta reducir su volumen a unos 25 mL ñ 5 mL, utilizando un flujo de nitrógeno hacia la superficie de la solución, con la ayuda de un embudo invertido, que permita ondular la superficie levemente (Vease Figura No 3).

4.2.6.7 El concentrado obtenido de la evaporación es trasvasado con aproximadamente dos lavadas de 5 mL., de solvente, del vaso de precipitado hacia un plato de aluminio limpio y previamente pesado, el cual es colocado sobre una plancha de calentamiento a una temperatura entre 100°C y 120°C y con un flujo de nitrógeno hacia la superficie de la solución, usando un embudo invertido que permita ondular la superficie levemente, hasta llegar a sequedad.

4.2.6.8 Una vez evaporado el solvente se coloca el plato de aluminio con el residuo dentro de un horno de vacío a 140°C y por lo menos 50 mm de Hg hasta obtener peso constante (M1).

5 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

5.1 El porcentaje de la fracción máxima de solubles en xileno se obtiene aplicando la siguiente fórmula

$$\%FMSX = \frac{M_1}{M} \times 100$$

Donde:

%FMSX= El porcentaje de la fracción máxima de solubles en xileno.

M= Peso (g) de la muestra obtenido en el apartado 4.1.6.1. o 4.2.6.2.

M1 = Peso (g) del residuo obtenido en el apartado 4.1.6.6. o 4.2.6.8.

5.2 Calcular el promedio y la diferencia relativa de por lo menos dos determinaciones por cada muestra, esta diferencia no debe superar el 10%.

5.3 Se reporta el porcentaje peso/peso de residuos solubles en xileno en el peso de muestra con su respectiva diferencia relativa.

5.4 Los resultados obtenidos para los ensayos de la fracción máxima soluble en xileno descritos anteriormente, deben cumplir con los valores establecidos en la tabla No 1.

6 PRECISIÓN

Resultados de 5 corridas realizadas en el mismo laboratorio y por el mismo analista, presentaron una precisión, expresada como desviación estándar relativa, menor o igual al 10 %.

7 INFORME

El Informe debe contener lo siguiente

- 7.1** Fecha de realización del ensayo.
- 7.2** Identificación completa del material ensayado
- 7.3** Resultados obtenidos.
- 7.4** Número y título de la Norma Venezolana COVENIN consultada.

7.5 Nombre del fabricante del material ensayado.

7.6 Nombre del analista.

7.7 Observaciones.

BIBLIOGRAFÍA

Norma FDA 177.1520

Participaron en la elaboración de la primera publicación de esta norma:

- Ignacio Penichet
- Mary Labady
- Carla Gutiérrez
- Arelys González
- Juan Luis Velásquez
- Ricardo Rincón
- Gustavo Pérez
- Maria A. Martínez
- Wojciech Dramiński
- Diana Etienne Tolosa.

Tabla 1Especificación para la Fracción Máxima Soluble en Xileno (FMSX)

Poliolefinas y Copolímeros	Densidad (g/mL)	Punto de Fusión (°C)	Fracción Máxima Soluble en Xileno % (p/p)
1 Polipropileno.	0,880 - 0,913	160 -180	9,8
2 Polietileno para artículos destinados a estar en contacto con alimentos, excepto en los artículos utilizados para la cocción.	0,850 - 1,000	-----	11,3
3 Polietileno para artículos destinados a estar en contacto con alimentos, utilizados en su cocción	0,850 - 1,000	-----	6,0 (*)
4 .Polietileno para ser utilizado como compo-nente de recubrimientos destinados a estar en contacto con alimentos, con niveles superiores al 50 % p/p en cualquier mezcla.	0,850 - 1,000	-----	75,0
5 .Copolímeros descritos en el apartado 3.2.3 de la Norma, para artículos destinados a estar en contacto con alimentos, excepto en los artículos utilizados para la cocción.	0,850 - 1,000	-----	30,0
6. Copolímeros descritos en el apartado 3.2.3 de la Norma, utilizados en artículos destinados a estar en contacto con alimentos, utilizados en la cocción de alimentos.	0,850 - 1,000	-----	
7 Copolímeros descritos en el apartado 3.2.3 de la Norma, utilizados en la cocción de alimentos.	0,820 - 0,850	235 - 250	7,5
(*) De acuerdo con valores obtenidos para este ensayo de Polímeros Nacionales .			

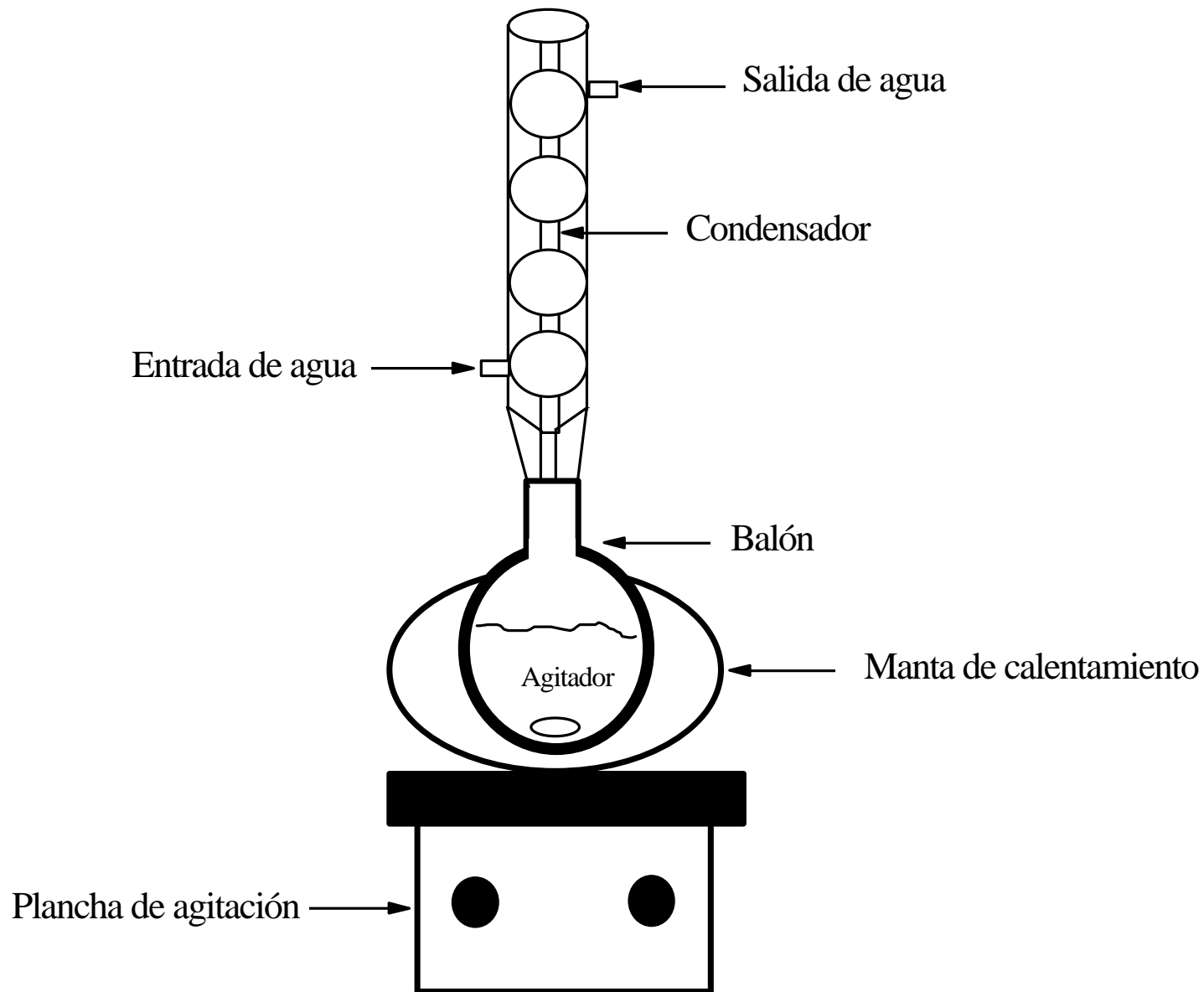


Figura 1 Equipo de reflujo

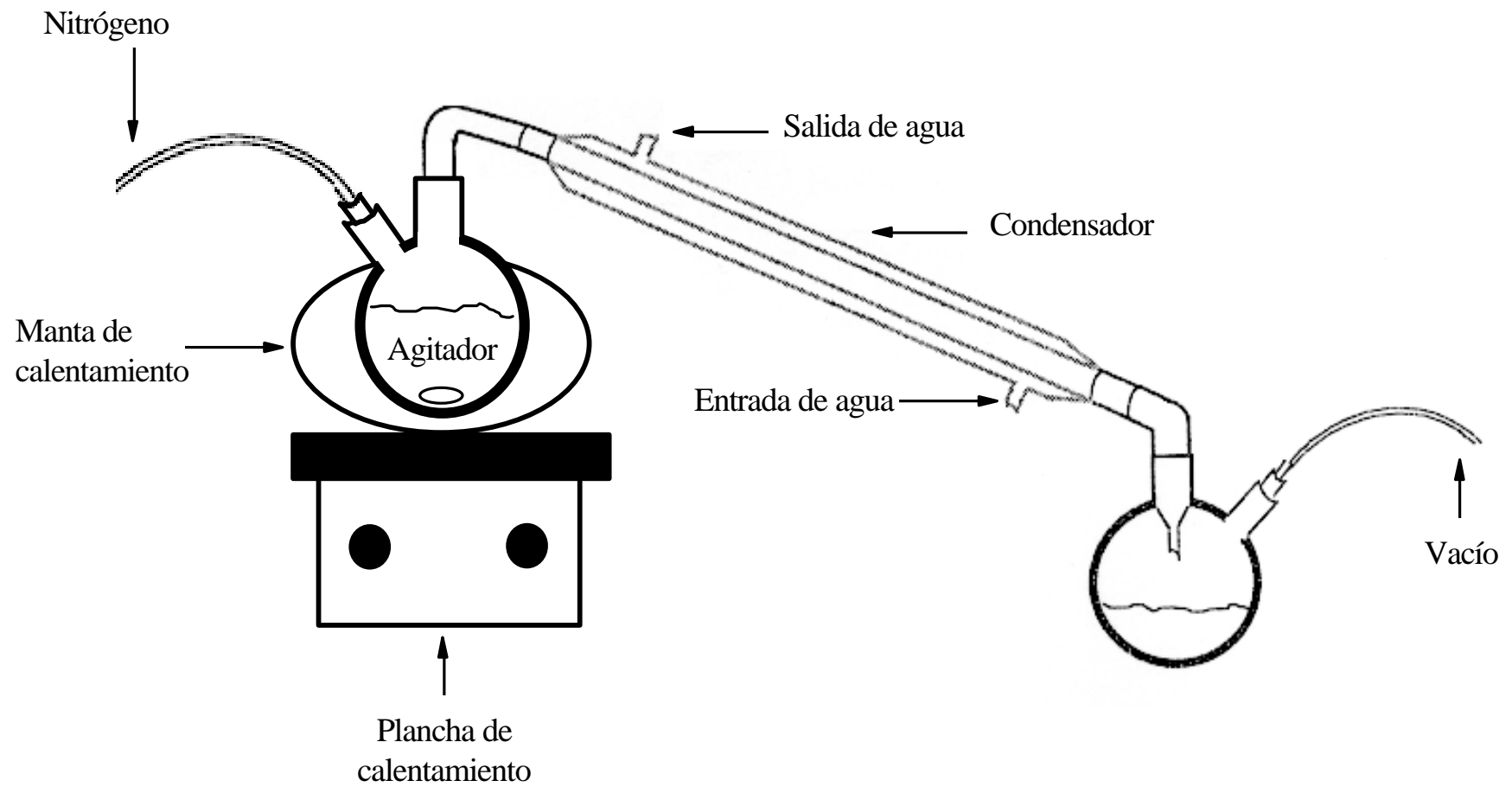


Figura 2 Equipo de destilación

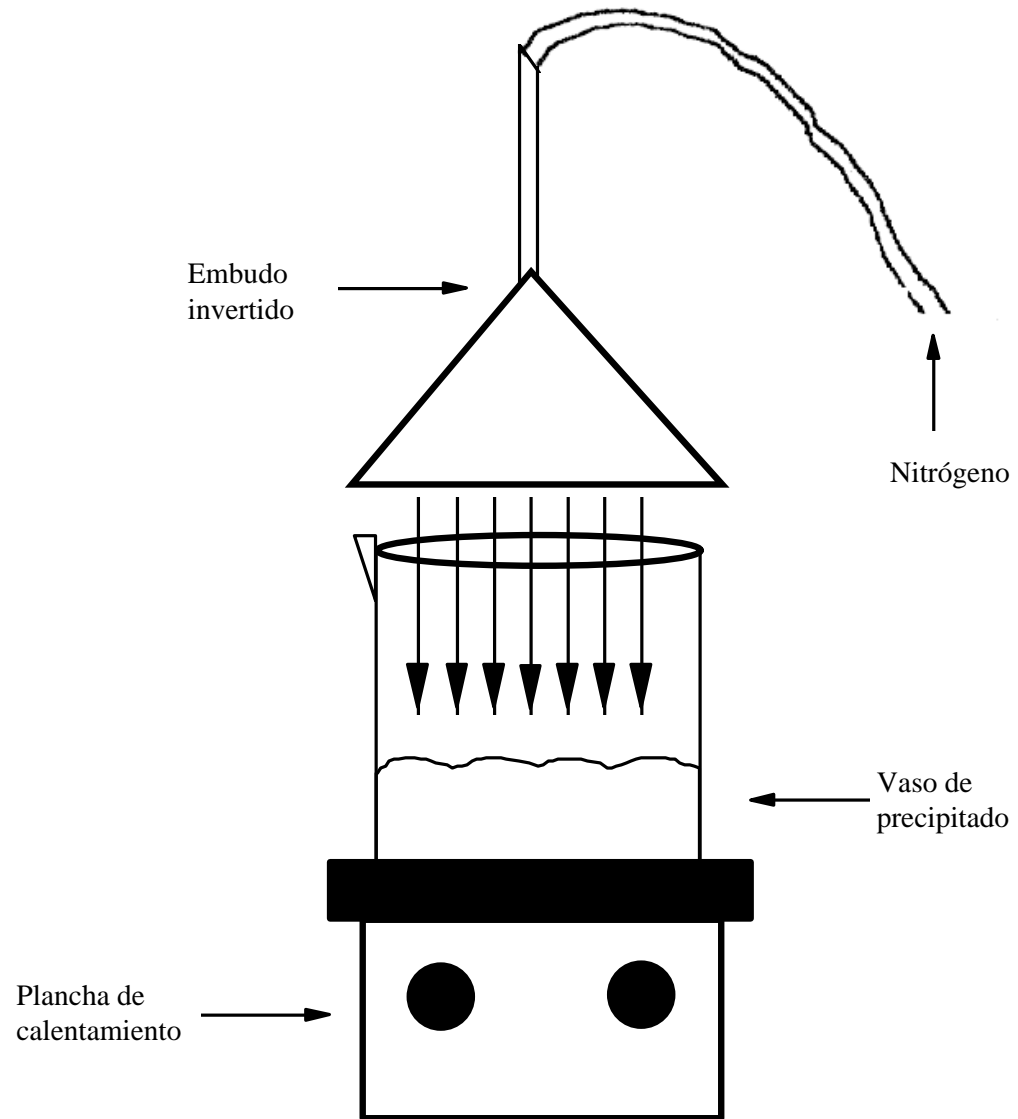


Figura 3 Equipo de evaporación

**COVENIN
3313:1997**

**CATEGORÍA
C**

**COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Piso 11 y 12
Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12
CARACAS**

publicación de:



I.C.S: 67.250

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

ISBN: 980-06-1892-9

**Descriptores: Polimeros oleofinicos y sus copolimeros. Contacto con alimentos, pellets,
método de ensayo**