

**NORMA
VENEZOLANA**

**COVENIN
3328:1997**

**DETERMINACIÓN DE LA
FRACCIÓN MÁXIMA
EXTRAIBLE EN N-HEXANO
DE POLÍMEROS OLEFÍNICOS
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° **148** de fecha **10/09/1997**.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades: INDESCA, IVIC, Instituto Nacional de Higiene "Rafael Rangel", Laboratorios CAM, Poliolefinas Industriales, C.A., PROPILVEN, Centro de Química Analítica (UCV), AVIPLA, MAVESA, Ministerio de Sanidad y Asistencia Social (Dirección de Higiene de los Alimentos).

NORMA VENEZOLANA
DETERMINACIÓN DE LA FRACCIÓN MÁXIMA
EXTRAÍBLE EN N-HEXANO DE POLÍMEROS
OLEFÍNICOS DESTINADOS A ESTAR EN CONTACTO
CON ALIMENTOS

COVENIN
3328:1997

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana establece los procedimientos analíticos básicos para determinar la fracción máxima extraíble en n-hexano 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 Extraíble en n-hexano (FMEH): son los residuos obtenidos en la extracción del polímero en n-hexano.

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.

4 MÉTODO DE ENSAYO

4.1 Principio

La muestra en película de la poliolefina es extraída con n-hexano caliente. La solución resultante se filtra y evapora con el objeto de cuantificar el residuo y reportar el resultado como porcentaje (% p/p) de fracción máxima extraída con n-hexano

4.2 Aparatos

4.2.1 Plancha de agitación y calentamiento.

4.2.2 Balanza analítica con apreciación de 0,0001 g.

4.2.3 Desecador.

4.2.4 Fiolas con cuello esmerilado de 500 ml.

4.2.5 Embudo mediano.

4.2.6 Beakers de 400 ml. y 1000 ml.

4.2.7 Soporte universal.

4.2.8 Termómetro con escala de 20°C-100°C ± 0,5°C.

4.2.9 Pinzas.

4.2.10 Tijeras.

4.2.11 Filtro de papel con retención (*m) de 20-25 (rápido).

4.2.12 Bombona de nitrógeno con regulador.

4.2.13 Cilindro graduado de 500 ml.

4.2.14 Agitadores magnéticos.

4.2.15 Plato de aluminio con una capacidad mínima de 50 ml.

4.2.16 Horno con vacío

4.2.17 Condensador para reflujo.

4.3 Reactivos

n-Hexano para análisis.

4.4 Materiales

Muestra en forma Películas de la poliolefina.

4.5 Preparación de la Muestra

La película con un espesor que no debe exceder los 100 μm , se corta en tiras de 20 cm. de largo por 2,5 cm. de ancho, se limpian con un paño impregnado en alcohol y

se cortan en trozos de 2,5 cm. x 2,5 cm. para facilitar su extracción.

4.6 Procedimiento

4.6.1 Se pesan aproximadamente 0,5 g de la muestra (M).

4.6.2 La muestra se introduce en una fiola con un agitador magnético y 200 ml de n-hexano. Se acopla la fiola a un condensador para reflujo y se sumerge en un baño de agua hasta el cuello. El baño de agua se encuentra sobre una plancha de calentamiento con agitación (véase Figura . 1).

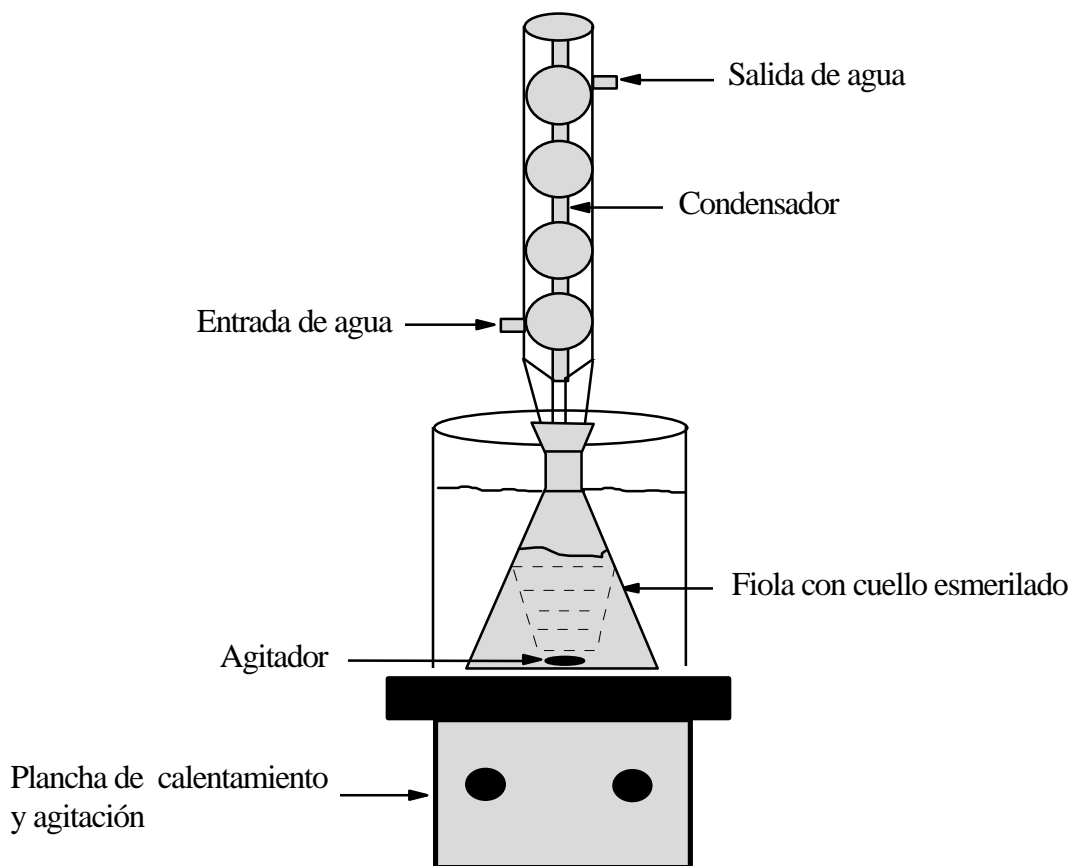


Figura 1: Equipo de extracción

4.6.3 El proceso de extracción se realiza por un período de dos horas manteniendo una agitación continua y vigorosa a una temperatura de $50,0^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, para los polietilenos y con ebullición (reflujo) para el polipropileno.

Nota 1: En el caso de los polietilenos la temperatura no debe alcanzar los 51°C , si esto ocurre el ensayo debe repetirse.

4.6.4 Una vez finalizado el proceso de extracción, se retira la fiola del baño y se filtra inmediatamente, utilizando un papel de filtro rápido ($20\mu\text{m}$ -25 *m). El filtrado se recoge en un beaker de 400 ml.

4.6.5 El beaker se coloca sobre una plancha de calentamiento a una temperatura de $50,0^{\circ}\text{C}$ hasta reducir su volumen a unos 10 ml. Esta operación se realiza en presencia de nitrógeno.

Nota 2: El flujo de nitrógeno hacia la solución se realiza utilizando un embudo invertido sobre el beaker, el cual se conecta con una manguera a una línea de nitrógeno (véase Figura . 2).

4.6.6 El concentrado obtenido es trasvasado cuantitativamente lavando con dos porciones de 10 ml de n-hexano caliente a un plato de aluminio limpio y previamente pesado, el cual es llevado a sequedad en un

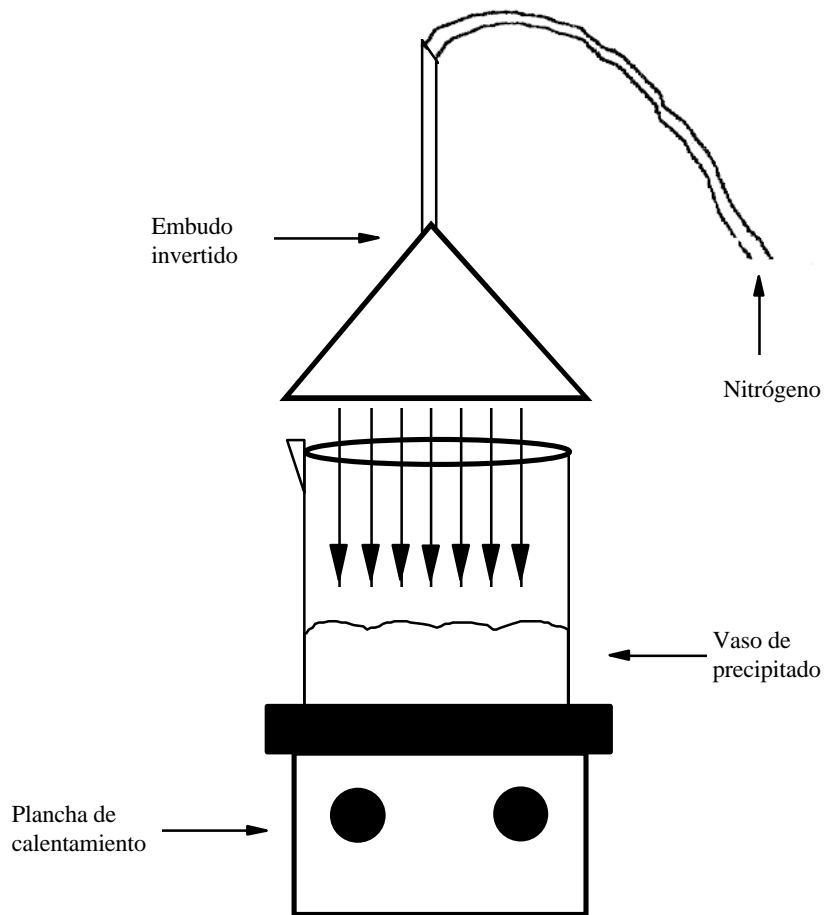


Figura 2: Equipo de evaporación

horno a una temperatura de $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, hasta obtener peso constante (M_1).

Nota 3 : En el caso de observarse residuos insolubles en el beaker, lave con una porción de 5 ml de tolueno caliente, agregando éste al platillo de aluminio.

5 EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

5.1 El porcentaje de la fracción máxima de extraíbles en n-hexano se obtiene aplicando la siguiente fórmula

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

Donde:

% FMEH= El porcentaje de la fracción máxima de solubles en n-hexano.

M = Peso (g) de la muestra obtenido en el apartado 4.6.1

M_1 = Peso (g) del residuo obtenido en el apartado 4.6.6

5.2 Calcular el promedio y la diferencia relativa de al menos dos determinaciones por cada muestra, esta diferencia no debe superar el 5 %.

5.3 Se reporta el porcentaje peso/peso de residuos extraíbles en n-hexano en el peso de muestra con su respectiva diferencia relativa.

5.4 Los resultados obtenidos para los ensayos de la fracción máxima extraíble en n-hexano descritos anteriormente, deben cumplir con los valores establecidos en la tabla No 1

Tabla 1: Especificación para la Fracción Máxima Extraíble con n-Hexano (FMEH)

Poliolefinas y Copolímeros	Densidad (g/mL)	Punto de Fusión (°C)	Fracción máxima extraíble con n-hexano %(p/p)
1. Polipropileno.	0,880 - 0,913	160 -180	6,4
2. Polietileno para artículos destinados a estar en contacto con alimentos, excepto en los artículos utilizados para la cocción.	0,850 - 1,000	-----	5,5
3. Polietileno para artículos destinados a estar en contacto con alimentos, utilizados en su cocción	0,850 - 1,000	-----	2,6
4. Polietileno para ser utilizado como componente de recubrimientos destinados a estar en contacto con alimentos, con niveles superiores al 50 % p/p en cualquier mezcla.	0,850 - 1,000	-----	53,0
5. Copolímeros descritos en el apartado 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	-----	5,5
6. Copolímeros descritos en el apartado 3. de la Norma, para artículos destinados a estar en contacto con alimentos, utilizados en la cocción.	0,850 - 1,000	-----	2,6
7. Copolímeros descritos en el apartado 3. de la Norma, utilizados en la cocción de alimentos.	0,820 - 0,850	235 - 250	6,6

6 PRECISIÓN

Resultados de 2 corridas realizadas en el mismo laboratorio y por el mismo analista, presentaron una precisión expresada como desviación estándar relativa, menor o igual al 5 %.

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

**COVENIN
3328:1997**

**CATEGORÍA
B**

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

publicación de:



I.C.S: 67.250

ISBN: 980-06-1927-5

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

Descriptor: Polímero olefínico y sus copolímeros, fracción máxima extraíble en N-Hexano, método, de ensayo, alimento, envase, empaque.