

**NORMA  
VENEZOLANA**

---

---

**COVENIN  
3739:2002**

**RESINAS EPÓXICAS Y POLÍMEROS  
CON BASE DE EPICLORHIDRINA  
UTILIZADOS EN LA ELABORACIÓN  
DE RECUBRIMIENTOS  
SANITARIOS. DETERMINACIÓN  
DE EPICLORHIDRINA RESIDUAL**



**FONDONORMA**

---

---

## PRÓLOGO

La presente norma fue elaborada de acuerdo a las directrices 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 para la elaboración de normas suscrito entre **CAVENVASE** y **FONDONORMA**, siendo aprobada por **FONDONORMA** en la reunión del Consejo Superior **Nº 2002-05** de fecha **29/05/2002**.

En la elaboración de esta norma participaron las siguientes entidades: IVIC; I.N.H "Rafael Rangel"; M.S.D.S Dirección de Higiene de los Alimentos; C.A. Venezolana de Pinturas; MAVESA; Twinflex/Barnivenca; Colorflex.

**NORMA VENEZOLANA  
RESINAS EPÓXICAS Y POLÍMEROS CON  
BASE DE EPICLORHIDRINA UTILIZADOS EN  
LA ELABORACIÓN DE RECUBRIMIENTOS  
SANITARIOS. DETERMINACIÓN DE  
EPICLORHIDRINA RESIDUAL**

**COVENIN  
3739:2002**

## **1 OBJETO**

Esta norma venezolana establece los procedimientos analíticos básicos para determinar la concentración de epiclorhidrina residual en resinas epóxicas o epoxifenólicas y en polímeros con base de epiclorhidrina.

## **2 REFERENCIAS NORMATIVAS**

La siguiente norma contiene disposiciones que al ser citadas en este texto, constituyen requisitos de esta Norma Venezolana COVENIN. La edición indicada estaba en vigencia en el momento de esta publicación. Como toda norma está sujeta a revisión, se recomienda a aquellos que realicen acuerdos en base a ella, que analicen la conveniencia de usar la edición más reciente de la norma citada seguidamente:

**COVENIN 1573:1995** Envases metálicos. Recubrimientos sanitarios para envases metálicos

## **3 DEFINICIONES**

Para los propósitos de esta norma venezolana se aplica las siguientes definiciones:

### **3.1 Resina**

Cualquier polímero sintético obtenido por una reacción de adición o condensación.

### **3.2 Recubrimiento sanitario**

Es el revestimiento que se aplica al interior del envase metálico a fin de evitar la interacción química entre el alimento y el envase actuando como barrera protectora.

### **3.3 Resina epóxica**

Es la formada por la condensación de la epiclorhidrina con compuestos fenólicos y puede ser líquida o sólida fusible. Se cura en frío o por calor por reacción con anhídridos o ácidos dibásicos, o con aminas o poliaminas.

## **4 REQUISITOS**

**4.1** El límite de composición de epiclorhidrina residual es de 1mg/Kg (ppm).

**4.2** La señal de un patrón de 1ppm de epiclorhidrina, bajo las condiciones cromatográficas debe ser mínimo dos veces la señal del ruido.

## **5 MÉTODO A**

### **5.1 Principio**

En este ensayo se realiza la determinación de epiclorhidrina liberada por calentamiento sobre muestras de resina sólida o semilíquida y se cuantifica mediante cromatografía de gases.

### **5.2 Aparatos y materiales**

**5.2.1** Cromatógrafo de gases: con detector de ionización a la llama o detector de masas.

- 5.2.2 Balón aforado de 25 ml.
- 5.2.3 Inyectadora de 10  $\mu$ l.
- 5.2.4 Inyectadora para gases de 5 ml.
- 5.2.5 Viales tipo ampolla de 10 ml, con sellos (septas) y precintos de aluminio o tapas de rosca.
- 5.2.6 Pinza selladora para viales tipo ampolla.
- 5.2.7 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

### 5.3 Reactivos

- 5.3.1 Epiclorhidrina, grado analítico.
- 5.3.2 N, N-dimetilacetamida (DMA), grado analítico.
- 5.3.3 Condiciones de operación recomendadas.
  - 5.3.3.1 Temperatura de inyector: 150°C.
  - 5.3.3.2 Temperatura del detector: 200°C.
  - 5.3.3.3 Temperatura inicial de la columna: 70°C.
  - 5.3.3.4 Tiempo inicial: 5 min.
  - 5.3.3.5 Velocidad de calentamiento: 10°C/min.
  - 5.3.3.6 Temperatura final de la columna: 100°C.
  - 5.3.3.7 Tiempo final: 5 min.
- 5.3.4 Columna para cromatografía capaz de separar los picos correspondientes a la epiclorhidrina y a la DMA.

### 5.4 Procedimiento

#### 5.4.1 Preparación de la solución estándar

- 5.4.1.1 Pesar 5 ml de DMA en un balón aforado de 10 ml, tapado.
- 5.4.1.2 Añadir 10  $\mu$ l (11,812 mg) de epiclorhidrina al balón anterior y pesar de nuevo.

**NOTA 1:** Este volumen es para preparar una solución de 1000 ppm.

- 5.4.1.3 Aforar a volumen con DMA.
- 5.4.1.4 Tapar y agitar.
- 5.4.1.5 Calcular la concentración exacta de epiclorhidrina en la solución en mg/ml.
- 5.4.1.6 Preparar una solución estándar de epiclorhidrina para cada nivel de concentración que se necesite trabajar.
- 5.4.1.7 Utilizar DMA como solvente para preparar los estándares.

#### 5.4.2 Preparación de la muestra

- 5.4.2.1 Pesar 3 g de muestra, con precisión de 0,1 mg, por cada vial tipo ampolla.
- 5.4.2.2 Repetir el procedimiento 7 veces.
- 5.4.2.3 Cerrar los viales con el sello (septum) y el precinto o tapa de rosca. Sellar los viales con la pinza.

**5.4.2.4** Agregar a los viales, por inyección a través del sello, solución estándar y DMA de acuerdo a las cantidades especificadas en la Tabla 1.

**Tabla 1**

Vial	1	2	3	4	5	6	7	8
Solución								
Estándar (μl)	0	0	3	3	6	6	10	10
DMA (μl)	10	10	7	7	4	4	0	0

**5.4.2.5** Inyectar la solución estándar preparada en 5.4.1 para verificar el tiempo de retención de la epiclorhidrina y de la DMA.

**5.4.2.6** Colocar los viales de la sección 5.4.2 en un baño de silicona a 150°C durante 30 min.

**5.4.2.7** Después de transcurrido el tiempo, inyectar el vapor contenido en el “espacio de cabeza” de cada vial.

**NOTA 2:** La cantidad a inyectar debe ser siempre la misma tanto para el estándar como para la muestra y esta limitada por la sensibilidad del cromatógrafo.

## 5.5 Expresión de los resultados

**5.5.1** Obtener la ecuación de la recta mediante la siguiente ecuación:

$$Y = a + bX \quad (1)$$

**Donde:**

X = Cantidad de epiclorhidrina agregada a la muestra.

Y = Lectura del cromatógrafo.

**5.5.2** La cantidad de epiclorhidrina (a) obtenida para la muestra es el corte de la recta en el eje X, es decir el valor de la ecuación (1) para Y = 0.

**5.5.3** Obtener la concentración de la muestra mediante la siguiente ecuación:

$$C_m = a / M_m$$

**Donde:**

C<sub>m</sub>: concentración de muestra.

a: microgramos de epiclorhidrina en la muestra.

M<sub>m</sub>: cantidad de muestra pesada en los viales (5.4.2) en g.

## 6 MÉTODO B

### 6.1 Principio

En este ensayo se realiza la determinación de epiclorhidrina liberada a través de extracción con solvente sobre muestras de resina sólida o semilíquida y se cuantifica mediante cromatografía de gases.

### 6.2 Aparatos y materiales

**6.2.1** Cromatógrafo de gases: con detector de ionización a la llama o detector de masas. Trabajar con las condiciones recomendadas en 5.3.3.

**6.2.2** Inyectadora de 10 μl.

6.2.3 Plancha de agitación.

6.2.4 Barra de agitación magnética.

6.2.5 Fiola de 25 ml con tapa.

### 6.3 Reactivos

6.3.1 Alcohol isopropílico para análisis (p.a).

6.3.2 Cloroformo, p.a.

6.3.3 Epiclorhidrina, p.a.

6.3.4 Ciclohexanona, p.a.

### 6.4 Procedimiento

#### 6.4.1 Determinar el tiempo de retención del alcohol iso propílico del cloroformo y de la ciclohexanona

6.4.1.1 Preparar 1l de solución con alcohol isopropílico y cloroformo en una relación 50:50.

6.4.1.2 Colocar dentro de un balón aforado de 1litro, 0.5 g de ciclohexanona con precisión de 0,1 mg y diluir con la solución anterior hasta aforo.

6.4.1.3 Inyectar, la solución preparada en 6.4.1.2.

#### 6.4.2 Preparación de la curva de calibración

6.4.2.1 Preparar una solución estándar de epiclorhidrina.

6.4.2.2 Utilizar la solución preparada en 6.4.1.2, como solvente para preparar los estándares.

6.4.2.3 Inyectar cada estándar.

#### 6.4.3 Preparación de la muestra

6.4.3.1 Pesar 5 g de muestra con precisión de 0,1mg, en una fiola de 25 ml.

6.4.3.2 Añadir 10 ml de la solución preparada en 6.4.1.2.

6.4.3.3 Colocar la barra de agitación magnética, tapar la fiola y agitar por 10 min.

6.4.3.4 Remover el agitador, tapar y esperar hasta que las capas se separen.

6.4.3.5 Repetir el procedimiento 6.4.3.1 a por triplicado.

6.4.3.6 Inyectar de la capa superior.

### 6.5 Expresión de los resultados

6.5.1 Realizar la curva de calibración graficando la relación entre el área del epiclorhidrina (Epi) y el área del estándar interno (ciclohexanona) versus la concentración de epiclorhidrina.

6.5.2 Calcular la relación entre el área de epiclorhidrina y el área del estándar interno.

6.5.3 Llevar el valor anterior a la gráfica y obtener la concentración de la muestra.

## 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.
- 7.6 Nombre del analista.
- 7.7 Observaciones.

## **BIBLIOGRAFÍA**

Norma del reglamento técnico de MERCOSUR sobre La Determinación de Epiclorhidrina Residual.

American Water Works Association AWWA.B453a-97. Standard for Polyacrylamide.

Productos Químicos orgánicos industriales, Volumen 2. Harold A. Wittcoff y Bryan G. Reuben. Editorial LIMUSA.1999.

Introducción al análisis químico de los plásticos, Krause y Lange. Editorial Blume.1970.

Diccionario de Química, Clifford A. Hampel y Gess.

**Participaron en la elaboración de esta norma:** Dramiñki, Wojciech; Etienne Tolosa, Diana; Gutiérrez, Carla; Labady, Mary; López, Glendy; Milone, Teodoro; Tinoco, Carlos.

**COVENIN  
3739:2002**

**CATEGORÍA  
B**

---

**FONDONORMA**  
**Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Pisos 11 y 12**  
**Telf. 575.41.11 Fax: 574.13.12**  
**CARACAS**



**publicación de:**

**FONDONORMA**

**I.C.S: 67.250**

RESERVADOS TODOS LOS DERECHOS  
Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio.

**ISBN: 980-06-2961-0**

---

**Descriptores: Envase, embalaje, epiclorhidrina, resina epóxica, recubrimiento polimérico, barniz, contacto con alimento, material.**