

18-06-03
03029
1/2

16

NORMA VENEZOLANA

**COVENIN
3792:2002**

**RESINAS CON BASES DE
FORMALDEHIDO UTILIZADAS EN
EL RECUBRIMIENTO DE ENVASES
METÁLICOS DESTINADOS A ESTAR
EN CONTACTO CON ALIMENTOS.
DETERMINACIÓN DE
FORMALDEHIDO RESIDUAL**



PRÓLOGO

La presente norma fue elaborada de acuerdo a las directrices de la Comisión Técnica de Normalización **CT16 Envases y embalajes**, y aprobada por **FONDONORMA** en la reunión del Consejo Superior N° 2002-09 de fecha 09/10/2002.

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



Depósito Legal: LF55520026652792
ISBN: 980-06-3055-4
ICS: 67.250

**NORMA VENEZOLANA
RESINAS CON BASES DE FORMALDEHIDO
UTILIZADAS EN EL RECUBRIMIENTO DE
ENVASES METÁLICOS DESTINADOS A ESTAR
EN CONTACTO CON ALIMENTOS.
DETERMINACIÓN DE FORMALDEHIDO
RESIDUAL**

**COVENIN
3792:2002**

1 OBJETO

Esta Norma Venezolana establece los procedimientos analíticos básicos para determinar la concentración de formaldehído residual en los recubrimientos de envases metálicos destinados a estar en contacto con alimentos.

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.

COVENIN 1839:1981 Resinas formaldehídicas. Determinación de formaldehído libre.

COVENIN 3239:1998 Materiales y artículos plásticos destinados a estar en contacto con alimentos. Determinación de migración global.

COVENIN 3665:2001 Envases metálicos destinados a estar en contacto con alimentos. Determinación de migración global.

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 Formaldehído

Gas fácilmente polimerizable, que comercialmente se encuentra en forma de solución acuosa de 37 a 50 % y un contenido de metanol variable para inhibir la polimerización. Se utiliza en el proceso de fabricación de ureas, melamínas, resinas fenólicas, entre otros. Es muy tóxico por inhalación y/o contacto con la piel.

4 REQUISITOS

4.1 En el caso de recubrimientos la concentración de formaldehído residual no debe exceder de 15 mg/Kg. de alimento.

5 MÉTODO DE ENSAYO

5.1 Principio

Este ensayo permite determinar los niveles de formaldehído en el simulante por espectrofotometría, al hacer reaccionar el formaldehído con el ácido cromotrópico en presencia de ácido sulfúrico, origina un complejo coloreado que absorbe a 574 nm.

5.2 Aparatos y materiales

5.2.1 Espectrofotómetro UV-visible

5.2.2 Celda de 1 cm

5.2.3 Material usual de laboratorio

5.3 Reactivos

5.3.1 Simulantes

5.3.1.1 Simulante A: Etanol al 8%.

5.3.1.2 Simulante B: Ácido acético al 3%.

5.3.1.3 Simulante C: n-Heptano p.a.

5.3.2 Agua desionizada

5.3.3 Sal disódica del ácido cromotrópico dihidratado (4,5 dihidroxi-2,7 ácido naftaleno disulfónico), ($C_{10}H_6Na_2O_8S_2 \cdot 2H_2O$)

5.3.4 Ácido sulfúrico de densidad 1.84 g/cm^3

5.3.5 Solución de formaldehído al 37% p/v estabilizada con 10% de metanol

5.3.6 Solución 0,05 M de Yodo

5.3.7 Solución de hidróxido de sodio 1 M

5.3.8 Solución de ácido clorhídrico 1 M

5.3.9 Almidón soluble

5.3.10 Solución de tiosulfato de sodio penta hidratado, 0,1 M

5.3.11 Yoduro de mercurio (HgI_2)

5.4 Procedimiento

5.4.1 Preparar un número de muestras tal que la superficie de total de contacto de cada una sea 500 cm^2 como mínimo.

5.4.2 Lavar cuidadosamente las muestras con agua corriente a presión y a temperatura de 80°C . Enjuagar muy bien con agua destilada. El material de laboratorio a utilizar debe lavarse con una solución de ácido nítrico al 5%, 24 horas antes.

5.4.3 Simulante acuoso

5.4.3.1 Seleccionar el simulante a utilizar según especificación de la Norma COVENIN 3239.

5.4.3.2 Realizar los ensayos por triplicado.

5.4.3.3 Realizar un ensayo en blanco con el simulante.(envase sin recubrimiento)

5.4.4 Preparación de la solución estándar

5.4.4.1 Pesar 0,800 g de formaldehído (5.3.5)

5.4.4.2 Transferir a un balón aforado de 200 ml

5.4.4.3 Aforar con agua desionizada. Esta solución es de 1500 ppm.

5.4.4.4 Tapar y agitar.

NOTA 1: La solución de formaldehído se mantiene estable por un máximo de 3 meses a 3°C .

5.4.5 Valoración de la solución de formaldehído

5.4.5.1 Transferir 10 ml de la solución de formaldehído (5.4.4) a una fiola de 100 ml.

5.4.5.2 Añadir 25 ml de una solución de yodo 0,05 M (5.3.6) y 10 ml de hidróxido de sodio 1 M (5.3.7)

5.4.5.3 Dejar reposar por 5 min. Tapada.

5.4.5.4 Acidificar con 11 ml de ácido clorhídrico 1 M (5.3.8)

5.4.5.5 Determinar el exceso de yodo por titulación con tiosulfato de sodio 0,1 M (5.3.10) utilizando la solución de almidón (5.4.8) como indicador.

NOTA 2: Dos (2) ml de una solución de yodo 0,05 M consumidos es equivalente a 1,5 mg de formaldehído.

5.4.5.6 Calcular la concentración de formaldehído por ml de solución.

5.4.6 Preparación de la curva de calibración

5.4.6.1 Preparar 5 balones aforados de 100 ml.

5.4.6.2 Agregar a cada balón, a través de una micro-inyectadora, solución estándar de formaldehído (5.4.4) de acuerdo a la tabla 1.

5.4.6.3 Aforar con el simulante correspondiente.

Tabla 1

Balón (100ml)	1	2	3	4	5
Solución estándar de formaldehído (μl)	100	400	700	1000	2000
Concentración (mg/l)	1,5	6,0	10,5	15,0	30,0

5.4.6.4 Calcular la concentración exacta en mg de formaldehído por litro de solución correspondiente a mg/Kg. de simulante, considerando la densidad del simulante.

5.4.7 Preparación de la solución de ácido cromotrópico

5.4.7.1 Pesar 500 mg de ácido cromotrópico (5.3.3)

5.4.7.2 Transferir a un balón aforado de 100 ml.

5.4.7.3 Aforar con agua desionizada.

NOTA 3: La solución (5.4.7) debe ser preparada en el momento.

5.4.8 Preparación de la solución de almidón

5.4.8.1 Añadir 50 ml de agua (5.3.2) a un beaker de 100 ml.

5.4.8.2 Llevar a ebullición

5.4.8.3 Pesar en un beaker de 10 ml, 1 g de almidón soluble y aproximadamente 2 mg de yoduro de mercurio.

5.4.8.4 Añadir al beaker anterior agua desionizada gota a gota hasta formar una pasta.

5.4.8.5 Añadir esta pasta lentamente al beaker (5.4.8.1) con agitación vigorosa.

5.4.8.6 Continuar calentando por 5 min.

5.4.8.7 Remover de la plancha de calentamiento y dejar enfriar

5.4.8.8 Transferir a un frasco con tapa.

NOTA 4: Esta solución debe prepararse al momento de uso y mantenerse homogénea. En el punto final produce una coloración azul.

5.4.9 Preparación de la muestra a evaluar.

5.4.9.1 Transferir 1 ml del simulante utilizado en la prueba de migración global a un tubo de 12 ml

5.4.9.2 Añadir 1 ml de ácido cromotrópico (5.4.7) y 8 ml de ácido sulfúrico al 75%.

5.4.9.3 Introducir el tubo en un baño de agua a 60 °C por 20 min.

5.4.9.4 Retirar el tubo del baño y dejar enfriar por una hora* hasta temperatura ambiente. Transferir a la celda.

5.4.9.5 Registrar la absorción de la muestra, a una longitud de 574 nm

NOTA 5: La solución de referencia para la medida de absorción es la solución del simulante sin uso para el caso de los simulantes acuosos. Cuando se utilice n-heptano la referencia a emplear es agua desionizada.

5.4.10 Curvas de calibración.

5.4.10.1 Transferir 1 ml de estándar a un tubo de 12 ml. Repetir esto para cada estándar.

5.4.10.2 Aplicar el procedimiento del punto (5.4.9.2) al (5.4.9.5) a cada tubo para un total de 5 tubos.

5.4.10.3 Registrar la absorción de cada estándar y muestra, a una longitud de 574 nm.

NOTA 6: Se recomienda realizar las medidas de los estándares y de la muestra a evaluar de una forma alterna.

5.4.11 Simulante n-Heptano

5.4.11.1 Realizar los pasos del (5.4.3.1) al (5.4.3.3)

5.4.11.2 Transfiera 20 ml del simulante n-heptano a un embudo de separación.

5.4.11.3 Agitar la solución anterior con 4 porciones de 20 ml c/u de agua desionizada

5.4.11.4 Dejar en cada caso que las capas se separen.

5.4.11.5 Recolectar las 4 porciones (capa acuosa) en un balón aforado de 100 ml. Si es necesario aforar con agua desionizada.

5.4.11.6 Transferir 1.0 ml de esta solución acuosa en un tubo de ensayo de 12 ml.

5.4.11.7 Aplicar el procedimiento del punto (5.4.9.2) al (5.4.9.5).

5.5 Expresión de los resultados

5.5.1 Obtener la ecuación de la recta al graficar la absorción contra la concentración de formaldehído en los estándares.

5.5.2 A partir de la ecuación de la recta calcular la concentración de formaldehído en mg/l de solución simulante.

5.5.3 Transformar los resultados a mg/Kg. de alimento.

5.6 Informe

El informe debe contener lo siguiente:

5.6.1 Fecha de realización del ensayo.

5.6.2 Identificación completa del material ensayado.

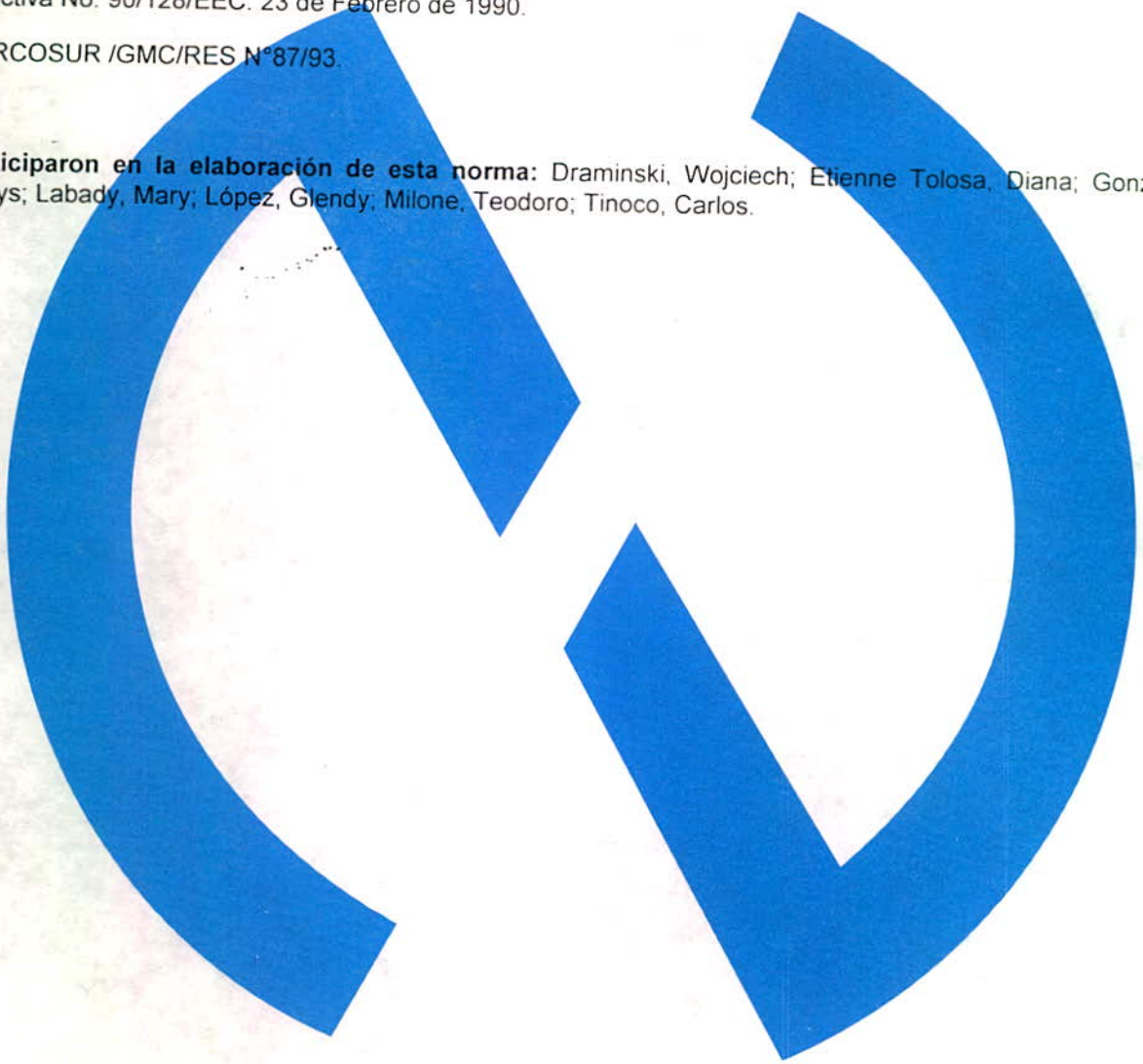
- 5.6.3 Resultados obtenidos.
- 5.6.4 Número y título de la Norma venezolana COVENIN consultada.
- 5.6.5 Nombre del fabricante del material.
- 5.6.6 Nombre del analista.
- 5.6.7 Observaciones.

BIBLIOGRAFÍA

Directiva No. 90/128/EEC. 23 de Febrero de 1990.

MERCOSUR /GMC/RES N°87/93.

Participaron en la elaboración de esta norma: Draminski, Wojciech; Etienne Tolosa, Diana; González, Arellys; Labady, Mary; López, Glendy; Milone, Teodoro; Tinoco, Carlos.



COVENIN
3792:2002

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:



Depósito Legal: LF 55520026652792
ISBN: 980-06-3055-4
ICS: 67.250

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

Descriptores: Envase, embalaje, contacto con alimento, material, resina, formaldehído residual, recubrimiento, metálico, método.