

MERCOSUL/GMC/RES. N° 28/93

**REGULAMENTO TÉCNICO SOBRE EMBALAGENS E EQUIPAMENTOS
PLÁSTICOS EM CONTATO COM ALIMENTOS**

TENDO EM VISTA: o Art. 13 do Tratado de Assunção, o Art. 10 da Decisão N° 4/91 e as Recomendações N° 4/92 e 22/93 do Subgrupo de Trabalho N° 3 "Normas Técnicas".

CONSIDERANDO

Que tendo sido estabelecido no item 6 do Anexo "Disposições Gerais para Embalagens e Equipamentos Plásticos em Contato com Alimentos", da Resolução N° 56/92 do Grupo Mercado Comum, que as embalagens e os equipamentos plásticos em contato com alimentos devem cumprir os requisitos estabelecidos em um Regulamento Técnico específico.

Que de acordo a este critério, considera-se conveniente dispor de uma regulamentação comum sobre as embalagens e equipamentos mencionados anteriormente.

**O GRUPO MERCADO COMUM
RESOLVE:**

Art. 1 - Os corantes e pigmentos em embalagens e equipamentos plásticos destinados a entrar em contato com alimentos que se comercializem entre os Estados Partes do MERCOSUL deverão cumprir as exigências estabelecidas no Regulamento Técnico "Disposições sobre Embalagens e Equipamentos Plásticos em Contato com Alimentos" que consta em anexo.

Art. 2 - O estabelecido no Art. 1 não se aplicará obrigatoriamente aos alimentos embalados destinados à exportação a terceiros países.

Art. 3 - Os Estados Partes do MERCOSUL colocarão em vigência as disposições legislativas, regulamentares e administrativas necessárias para dar cumprimento à presente Resolução e comunicarão o texto da mesma ao Grupo Mercado Comum através da Secretaria Administrativa.

X GMC - Assunção, 30/VI/1993.

Disposições sobre corantes e pigmentos em embalagens e equipamentos plásticos em contato com alimentos

1. Alcance

Este documento refere-se à metodologia analítica para o controle de corantes e pigmentos em embalagens e equipamentos plásticos, conforme o estabelecido nos itens 7 e 8 da Resolução GMC N° 56/92 "Disposições gerais para embalagens e equipamentos plásticos em contato com alimentos".

2. Determinação de aminas aromáticas em corantes e pigmentos

A determinação de aminas aromáticas deve realizar-se de acordo com a metodologia analítica estabelecida na Resolução MERCOSUL correspondente.

3. Determinação de metais em corantes e pigmentos

Pesar 2,00 g + 0,01 g de amostra em um recipiente de precipitado de 150 ml. Agregar 30 ml das seguintes soluções de extração:

- solução de NaOH 1N: para arsênico
- solução de HNO₃ 1N: para chumbo
- solução de HCl 0.1N: para bário, cádmio, zinco, mercúrio e selênio.

Agitar com agitador magnético durante duas horas à temperatura ambiente. Deixar decantar e logo filtrar, recolhendo a filtragem em matraz aforado de 50,0 ml. Levar ao volume com as soluções de extração.

Sobre os extratos determinam-se os metais usando espectrometria de absorção atômica segundo as especificações a seguir:

- chumbo, selênio, cádmio e zinco: com chama de ar-acetileno;
- bário: com chama de nitroso-acetileno;
- mercúrio: com vapor frio;
- arsênico: com geração de hidretos.

Nota: Não sendo possível realizar estas determinações por absorção atômica, poderão ser utilizados métodos colorimétricos recomendados pela ADAC.

4. Requisitos e ensaios adicionais para pigmento preto de fumo

Para o caso de pigmento preto de fumo

- a) seu extrato benzênico deve ser inferior a 0,1% (m/m);
- b) deve estar isento de hidrocarburetos policíclicos aromáticos.

Princípios dos métodos:

- a) Extrato benzênico: a amostra sob exame é submetida à extração com benzeno, em extrator Soxhlet, por 24 horas; após a evaporação a seco do solvente, pesa-se o resíduo obtido.
- b) Absorbância no U.V. do extrato (para detectar a presença de hidrocarburetos policíclicos aromáticos): a uma alíquota do extrato benzênico obtido nestas condições, adiciona-se 1 ml de n-hexadecano, evapora-se o solvente com sucessivos acréscimos de álcool metílico para eliminar completamente o benzeno. Dissolve-se o resíduo em n-hexano e extrai-se com dimetil sulfóxido (DMSO). O extrato se dissolve com água e é submetido à reextração com isooctano. A solução final isooctânica é submetida a exame espectrofotométrico entre 280 e 400 nm.

Reativos e substâncias auxiliares:

- Benzeno reativo especial para espectrofotometria
- Algodão desengordurado
- n-hexadecano puro para cromatografia gasosa (isento de olefina)
- Álcool metílico reativo especial para espectrofotometria
- n-hexano puro para espectrofotometria
- Água bidestilada, obtida de água destilada, redestilada no momento do uso sobre ácido sulfúrico e permanganato de potássio
- Sulfato de sódio anidrido granular reativo puro
- Tubo de nitrogênio puríssimo a 99,999%

Advertência

Recomenda-se cuidado no manuseio do benzeno, do álcool metílico e do DMSO por sua toxicidade.

Aparelhos:

- Extrator Soxhlet provido de um balão de 500 ml e de cartuchos de extração previamente lavados em refluxo de benzeno
- Ampolas de decantação, com capacidade de 50 ml e 100 ml, providas de tampa de vidro e robnete de politetrafluoroetileno
- Pipetas de 1 ml, 5 ml e 10 ml
- Funis com placa porosa tipo Jena G/I ou 17/F/I
- Matrizes aforados de 25,0 ml

- Evaporador rotatório
- Espectrofotômetro de absorção visível e ultravioleta, dotado de compartimentos de 1 cm e 4 cm de percurso óptico.

Procedimento

a) Determinação do extrato benzênico. Pesa-se em um cartucho para extração 25,0g \pm 0,2g da amostra sob exame e fecha-se o cartucho com uma camada de algodão desengordurado. Introduzir 300 ml de benzeno no balão de 500 ml do extrator Soxhlet, colocar o cartucho que contém a amostra e extrair durante aproximadamente 24 horas. Ao terminar a extração (tendo cuidado de reunir no balão todo o solvente de extração), conectar o balão ao evaporador rotatório e deixar evaporar, evitando que entre em ebulição, até um volume aproximado de 20 ml. Logo, transferir quantitativamente o volume residual a um recipiente de 100 ml tarado, com lavagens sucessivas do balão com benzeno. Evaporar em banho-maria até secar e colocar em estufa (geralmente é suficiente uma hora). Esfriar em dessecador e pesar, repetindo a operação até obter uma massa constante.

Paralelamente, evaporar, nas mesmas condições, um volume de benzeno igual ao que se usa para a extração e para as lavagens. Diminui-se a massa do resíduo do solvente da massa do resíduo da amostra.

b) Controle da absorbância no U.V.

Advertências:

- Devido à sensibilidade do método, é necessário evitar toda contaminação possível. Com esse objetivo, o material de vidro deve ser submetido a tratamentos repetidos com solução sulfocrômica, logo com abundante água corrente e, finalmente, com água destilada.
- Além disso, imediatamente antes do uso do material de vidro, é necessário lavá-lo com n-hexano.
- Não deve ser empregado nenhum tipo de gordura para lubrificar os robinetes, a estanquidade está garantida pelos robinetes de politetrafluoroetileno.
- Dado que alguns hidrocarburetos policíclicos aromáticos são fotossensíveis, o procedimento inteiro deve ser efetuado em um ambiente com luz tênue.

Em um cartucho de extração, pesar 25,0g \pm 0,2g da amostra sob exame e efetuar a extração em extrator Soxhlet com benzeno por aproximadamente 24 horas na forma indicada anteriormente em a).

Adicionar ao extrato benzênico, 1 ml de n-hexadecano e evaporar em

evaporador rotatório sob uma leve corrente de nitrogênio até um volume de 1 ml.

Acrescentar ao resíduo 10 ml de álcool metílico, três vezes consecutivas e evaporar a cada vez até um volume final de um ml (para eliminar todo resquício de benzeno).

Agregar ao resíduo 20 ml de n-hexano para obter uma completa dissolução do resíduo, aquecendo ligeiramente em banho-maria se for necessário.

Transferir a uma ampola de decantação de 100 ml, efetuando duas lavagens sucessivas com 3 ml de n-hexano em cada uma.

Acrescentar 5 ml de DMSO e agitar vigorosamente durante dois minutos.

Deixar repousar até a separação total das duas fases. Transferir cuidadosamente a fase inferior a uma segunda ampola de decantação de 50 ml contendo 10 ml de água bidestilada.

Adicionar 5 ml de isooctano e agitar vigorosamente durante dois minutos. Deixar repousar até a separação total das duas fases.

Transferir a camada aquosa inferior a uma segunda ampola de decantação de 50 ml que já contenha 5 ml de isooctano. Agitar durante dois minutos e, logo após a separação das fases, descartar a fase aquosa.

Lavar duas vezes cada um dos extratos de isooctano com 5 ml de água bidestilada a cada vez, descartando a camada aquosa. Filtrar o primeiro extrato isooctânico através de um funil com placa porosa contendo 3,5 g de sulfato de sódio anidrido (previamente lavado com isooctano), recolhendo em um matraz aforado de 25,0 ml.

Lavar a primeira ampola de decantação com o segundo extrato isooctânico e transferir o líquido da lavagem através do funil de filtração ao matraz aforado.

Lavar a segunda e logo a primeira ampola de decantação com 5 ml de isooctano e transferir o líquido de lavagem através do funil de filtração ao matraz aforado.

Levar a um volume de 25,0 ml com isooctano. Determinar a absorbância da solução na região compreendida entre 280 e 400 nm em um compartimento de 4 cm de percurso óptico, tomando como referência o extrato obtido de um teste em branco.

Limites

a) Extrato benzênico: não deve ser superior a 0,1% (m/m)

b) Absorbância no U.V.(por 1 cm de percurso óptico)

Entre 280 e 289 nm 0,15

Entre 290 e 299 nm 0,12

Entre 300 e 359 nm 0,08

Entre 360 e 400 nm 0,02

1. Ensaio para embalagens e equipamentos plásticos coloridos destinados a entrar em contato com alimentos

Determinação de migração de corantes e pigmentos

Compara-se visualmente, com os alvos respectivos, os extratos obtidos nos ensaios de migração total das embalagens e equipamentos plásticos coloridos, realizados com os simuladores correspondentes (Resolução GMC N° 30/92), nas temperaturas e tempos de contato detalhadas na Resolução N° 36/92.

Nestas condições não devem existir diferenças, visualmente apreciadas, entre a coloração do extrato e se seu alvo.

Determinação de migração específica de metais e outros elementos

Determinar as concentrações de metais e outros elementos em extratos obtidos como descrito nos ensaios de migração total das embalagens e equipamentos plásticos coloridos, realizados com os simuladores correspondentes (Resolução GMC N° 30/92) nas temperaturas e tempos de contato detalhados na Resolução GMC N° 36/92. A determinação se efetua por espectrometria de absorção atômica ou, alternativamente, pelas técnicas colorimétricas recomendadas pela ADAC.

Os elementos a determinar nos extratos antes mencionados são os seguintes:

Antimônio	(Sb)
Arsênico	(As)
Bário	(Ba)
Boro	(B)
Cádmio	(Cd)
Zinco	(Zn)
Cobre	(Cu)
Cromo	(Cr)
Estanho	(Sn)
Flúor	(F)
Mercúrio	(Hg)
Prata	(Ag)
Chumbo	(Pb)

Estes elementos não deverão migrar em quantidades superiores aos limites estabelecidos na Resolução MERCOSUL correspondente a contaminadores em alimentos.