

**DETERMINAÇÃO DE MONÔMERO DE ESTIRENO RESIDUAL**

**TENDO EM VISTA:** o Art. 13 do Tratado de Assunção, o Art. 10 da Decisão N° 4/91 do Conselho do Mercado Comum, a Resolução N° 56/92 do Grupo Mercado Comum e a Recomendação N° 57/93 do Subgrupo de Trabalho N° 3, "Normas Técnicas".

**CONSIDERANDO**

Que no Anexo "Disposições gerais para Embalagens e Equipamentos Plásticos" da Resolução GMC N° 56/92, determinou-se que as embalagens e os equipamentos plásticos em contato com alimentos devem cumprir os requisitos estabelecidos no regulamento técnico específico.

Que, de acordo com estes critérios, considera-se conveniente dispor de um regulamento comum sobre o método de determinação do limite de composição do monômero de estireno em embalagens e equipamentos de polietileno e seus "copolímeros" em contato com alimentos.

**O GRUPO MERCADO COMUM  
RESOLVE:**

Art. 1 - A norma referente a monômero de estireno residual em embalagens feitas com estireno e seus "copolímeros", destinadas a entrar em contato com alimentos que se comercializem entre os Estados Partes do MERCOSUL, será determinada de acordo com o estabelecido no Regulamento Técnico em anexo "Determinação do monômero de estireno residual".

Art. 2 - 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 das mesmas ao Grupo Mercado Comum através da Secretaria Administrativa.

**XII GMC - Montevideu, 14/II/1994.**

## **ANEXO**

### **DOCUMENTO SOBRE DETERMINAÇÃO DE MONÔMERO DE ESTIRENO RESIDUAL**

#### **1. Alcance.**

Este reglamento técnico se aplicado à determinação de estireno em embalagens e equipamentos plásticos elaborados con poliestireno (PS) e outros copolímeros que utilizem este monômero e que se destinem a entrar em contato com alimentos.

#### **2. Fundamento.**

A determinação de estireno é efectuada por cromatografia em fas gaseosa, após dissolução da amostra em cloreto de metileno. São descritos, como exemplo, dois métodos cromatográficos que podãõ ser utilizados, dependendo da disponibilidade do equipamento no laboratório de controle (Métodos A e B).

#### **3. Equipamentos.**

**3.1.** Cromatógrafo gás con detector de ionização de chama.

**3.2.** Coluna cromatográfica que permita a separação dos picos correspondentes ao estireno e ao cloreto de metileno.

**3.2.1.** Método A: coluna de 2,0 m de comprimento e 3,2 mm de diâmetro interno, empacotada com succinato de dietilenoglicol (DEGS) a 10%, em Chromosorb 80/100.

**3.2.2.** Método B: coluna de 1,8 m de comprimento e 3,2 mm de diâmetro interno, empacotada com 20% SE-30 sobre Anakron ABS.

**3.3.** Agitador magnético.

#### **4. Reagentes.**

**4.1.** Método A:

**4.1.1.** Gás nitrogênio.

**4.1.2.** Ar sintético, purificado.

**4.1.3.** Gás hidrogênio.

**4.1.4.** Cloreto de metileno, redetilado.

**4.1.5.** Monômero de estireno, redetilado.

**4.2.** Método B:

**4.2.1.** Gás argônio.

**4.2.2.** Gás oxigênio.

**4.2.3.** Gás hidrogênio.

**4.2.4.** Acetona p.a.

**4.2.5.** Metanol p.a.

- 4.2.6. Cloreto de metileno, redestilado.
- 4.2.7. Monômero de estireno, redestilado.

**Advertência:** O estireno é levemente tóxico por inalação, pode causar irritação nas mucosas, principalmente na ocular e inflamável, por isso deve trabalhar em capela.

## 5. Condições de operação recomendadas.

### 5.1. Métodos A:

- 5.1.1. Temperatura da coluna: 75 °C (isoterma)
- 5.1.2. Temperatura do detetor: 200 °C
- 5.1.3. Temperatura do injetor: 150 °C
- 5.1.4. Fluxo de nitrogênio: 30 ml/min
- 5.1.5. Sensibilidade:  $10^{-9}$
- 5.1.6. Volume injetado: 1,0 mm ( $\mu$ l)
- 5.1.7. Fluxo de gases do detetor: ar sintético: 300 ml/minuto  
hidrogênio: 30 ml/minuto

### 5.2. Método B:

- 5.2.1. Temperatura da coluna: 130 °C
- 5.2.2. Temperatura do detetor: 250 °C
- 5.2.3. Temperatura do injetor: 150 °C
- 5.2.4. Sensibilidad:  $10^{-9}$
- 5.2.5. Volume injetado: 1,0 mm ( $\mu$ l)
- 5.2.6. Fluxo de argônio: 20 ml/min
- 5.2.7. Fluxo de gases do detetor: Hidrógeno: 20 ml/minuto  
Oxigênio: 40 ml/minuto

## 6. Procedimento.

### 6.1. Preparação dos padrões.

#### 6.1.1. Método A:

Pesar 15 mm ( $\mu$ l) de monômero de estireno em um balão volumétrico de 25 ml. Completar o volume com cloreto de metileno. Efetuar as diluições necessárias, em função del teor de estireno na amostra.

#### 6.1.2. Método B:

Colocar acetona em um frasco de 60 ml, previamente tarado, até la altura do gargalo. Pesar novamente o sistema, após fechamento e selagen do frasco, para a determinação da masa exata de acetona.

Adicionar então ao conteúdo do frasco, um volume conhecido de estireno (por ex., 2,5 mm ( $\mu\text{l}$ ), com o auxílio de uma micro-seringa. Pesquisar novamente o frasco para a determinação da massa de estireno. Calcular a concentração de estireno na solução-padrão em termos de microgramas de estireno por mm ( $\mu\text{l}$ ) de solução, considerando a densidade da acetona a 20 °C (0,79 g/ml). Preparar vários padrões de maneira a cobrir a faixa de concentração desejada.

## **6.2. Preparação da amostra.**

### **6.2.1. Método A:**

Cortar a amostra em pedaços pequenos de área menor que 10 mm por 2 mm. Pesquisar exatamente cerca de 0,300 g de amostra em um balão volumétrico de 10 ml, completando o volume com cloreto de metileno. Caso persista algum resíduo insolúvel, separar esse resíduo por centrifugação ou decantação.

### **6.2.2. Método B:**

Cortar a amostra em pedaços pequenos com área menor que 10 mm por 2,0 mm. Pesquisar cerca de 3,0 g de amostra, com precisão de 0,1 mg, em béquer de 150 ml. Adicionar ao béquer, lentamente e sob agitação, 20 ml de cloreto de metileno. Após total dissolução da amostra, acrescentar 30ml de metanol para a precipitação do poliestireno. Filtrar o conteúdo de béquer sob vácuo e separar o filtrado. Para garantir a total extração do estireno, repetir com o precipitado o procedimento de dissolução e precipitação do polímero. Filtrar sob vácuo. Juntar os dois filtrados em um balão volumétrico, completando o volume para 100ml com metanol.

## **6.3. Análise cromatográfica.**

### **6.3.1. Método A:**

Através de uma micro-seringa, injetar 1mm ( $\mu\text{l}$ ) da solução-padrão no cromatógrafo a gás. Medir a área do pico de monômero de estireno. Injetar 1 mm ( $\mu\text{l}$ ) da solução da amostra utilizando-se a técnica de "flush", com solvente e ar, para evitar perdas de amostra por evaporação. Medir a área do pico resultante de estireno. Comparar com a área produzida pela solução-padrão

### **6.3.2. Método B:**

Injetar no cromatógrafo a gás 1 mm ( $\mu\text{l}$ ) de cada solução-padrão e traçar a curva -padão: resposta cromatográfica x concentração de estireno em solução. Injetar 1 mm ( $\mu\text{l}$ ) da solução de amostra no cromatógrafo a gás.

Medir a área do pico de estireno e comparar com a curva-padrão.

## 7. Cálculos.

Calcula-se a concentração de estireno de la seguinte forma:

### 7.1. Método A:

Conteúdo de estireno, em g/100 g de amostra:  $\frac{A_m - C_p - 10}{A_p - C_m}$

sendo:

$A_m$  = área do pico de amostra, em unidades de área

$A_p$  = área do pico do padrão em unidades de área

$C_m$  = concentração da solução-padrão da amostra (em g de amostra/ml)

$C_p$  = concentração da solução-padrão (em  $\mu\text{g}$  de estireno/ml)

### 7.2 Método B:

Conteúdo de estireno em mg/Kg =  $\frac{(R-b) \cdot 10^5}{a \cdot V_i \cdot M}$

R = Resposta obtida na análise cromatográfica (unidades de área)

b = coeficiente linear da curva-padrão (unidades de área)

a = coeficiente angular da curva-padrão (unidades de área/ $\mu\text{g}$  de estireno)

$V_i$  = volume da amostra injetada ( $\mu\text{l}$ )

M = massa da muestra (g)

## 8. Limite.

O conteúdo máximo permitido de estireno é de 0,25 g de estireno/100g de amostra (0,25%) ou 2500 mg de estireno/kg, amostra na matéria plástica, como estabelecido na Resolução MERCOSUL correspondente á lista positiva de polímeros e resinas para embalagens e equipamentos plásticos em contato com alimentos.