



GOVERNO DO ESTADO DE SÃO PAULO
SECRETARIA DE AGRICULTURA E ABASTECIMENTO
AGÊNCIA PAULISTA DE TECNOLOGIA DOS AGRONEGÓCIOS
INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

Relatório de Ensaio

RE 01.302/09

INTERESSADO: SGS Polimeros Ltda.

Estrada RS 122 Km 16 - Vila Progresso - São Sebastião do Cai/RS – CEP 95760-000

MATERIAL ANALISADO: Filme de PVC

ANALISTAS: Beatriz M. Curtio Soares, Caroline Donadon Torres, Joyce Borghetti e Sabrina Albino Lima

DATA DE RECEBIMENTO DA AMOSTRA: 19/08/09

Descrição da Amostra

Foi recebida para a realização dos ensaios de migração total para os simulantes aquoso, ácido e gorduroso uma amostra de filme de PVC. Segundo o interessado o filme de PVC foi fabricado pela BandFilmes com o aditivo plastificante primário vegetal Olvex 51 que é fabricado pela SGS Polimeros. Ainda segundo informação do interessado o filme foi fabricado com a resina sp1300 da Braskem e possui 10 micra de espessura.

A amostra, após o recebimento no CETEA, permaneceu estocada à temperatura de cerca de 23 °C até a realização das análises.

Método

As avaliações de migração total foram realizadas segundo o prescrito na Resolução nº105 de 19 de maio de 1999, publicada pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária, do Ministério da Saúde no Diário Oficial da União em 20 de maio de 1999. Esta Resolução contém as normas harmonizadas do MERCOSUL relacionadas às embalagens e equipamentos plásticos em contato com alimentos.

Segundo o interessado, o filme de PVC é destinado ao acondicionamento de alimentos e bebidas em geral não alcoólicos, devendo ser utilizado com contato prolongado a temperaturas de até 40 °C. De acordo com a utilização a que se destina, a amostra foi avaliada nas condições de contato estabelecidas pela ANVISA apresentadas na Tabela 1 e considerando a seguinte classificação de alimentos e respectivos simulantes:

TIPO I: alimentos aquosos não ácidos ($\text{pH} > 5$), para os quais utiliza-se como simulante água destilada;

TIPO II: alimentos aquosos ácidos ($\text{pH} \leq 5$), para os quais utiliza-se como simulante solução de ácido acético em água destilada a 3% (m/v);

TIPO III: a. alimentos aquosos não ácidos contendo óleo ou gordura, para os quais utilizam-se os simulantes água destilada e óleo de oliva;

b. alimentos aquosos ácidos contendo óleo ou gordura, para os quais utilizam-se os simulantes solução de ácido acético em água destilada a 3% (m/v) e n-heptano ou óleo de oliva;

TIPO IV: alimentos oleosos ou gordurosos, para os quais utiliza-se o simulante n-heptano ou óleo de oliva;

TIPO VI: alimentos sólidos secos ou de ação extrativa pouco significativa. Não é exigido ensaio de migração. Ocasionalmente pode ser exigido ensaio de migração total com os simulantes água destilada, solução de ácido acético em água destilada a 3% (m/v) ou n-heptano ou óleo de oliva, dependendo do tipo de alimento.



CENTRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO DE EMBALAGENS
(CENTRO DE TECNOLOGIA DE EMBALAGEM)
Av. Brasil, 2880 • CEP 13.070-178 • Campinas/SP • Brasil
Tel. 19 3743-1900 • Fax 19 3241-8445
<http://www.cetea.ital.org.br>





GOVERNO DO ESTADO DE SÃO PAULO
SECRETARIA DE AGRICULTURA E ABASTECIMENTO
AGÊNCIA PAULISTA DE TECNOLOGIA DOS AGRONEGÓCIOS
INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

TABELA 1. Condições de tempo e temperatura empregadas nos ensaios de migração total.

| Simulante | Condição de contato |
|---|----------------------------|
| Água destilada | 40 °C/10 dias |
| Solução de ácido acético em água destilada a 3% (m/v) | 40 °C/10 dias |
| Óleo de oliva | 40 °C/10 dias |

A metodologia para a quantificação da migração total para os simulantes aquosos consistiu no contato da amostra com soluções de extração com tempos e temperaturas que simularam a sua condição real de uso, sendo os resíduos da migração total determinados gravimetricamente após o contato e evaporação das soluções, utilizando-se uma balança analítica com resolução de 0,01 mg.

O filme de PVC foi avaliado quanto ao potencial de migração total utilizando-se como simulante gorduroso o óleo de oliva, segundo a metodologia "Determinação de migração total de materiais plásticos utilizando óleo de oliva como simulante gorduroso", descrita no Anexo VI da Resolução n°105/99 publicada pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária – ANVISA, considerando a condição de contato prolongado à temperatura ambiente na aplicação real, ou seja, a condição de contato durante o ensaio foi de 40 °C ± 5 °C por 10 dias.

Nesse ensaio o corpo de prova com área e massa conhecidas foi imerso no óleo de oliva e permaneceu em contato com o simulante nas condições de tempo e temperatura selecionadas. Ao final do período de contato, o corpo de prova foi seco entre folhas de papel de filtro Whatman n°1 e pesado. O óleo absorvido pelo corpo de prova foi então extraído em soxhlet com hexano durante 18 horas e sua massa determinada por cromatografia gasosa após saponificação e metilação dos ácidos graxos. A massa de óleo absorvida foi usada então, como fator de correção para o cálculo da migração total.

Antes e após o contato com óleo de oliva, os corpos de prova foram condicionados a 23 °C ± 2 °C e 50% ± 5%UR até obtenção de massa constante.

A análise cromatográfica foi conduzida em um cromatógrafo a gás (HP 5890) com detecção por ionização de chama (GC/FID), operando com coluna capilar de sílica fundida HP1 (polidimetilsiloxano) de 50 m e diâmetro interno de 0,22 mm.

A quantificação da massa de óleo absorvida foi feita por cromatografia a gás utilizando como referência o pico do éster metílico do ácido oléico C 18:1 (oleato de metila) e padronização externa. A migração total foi calculada em mg/dm².

Resultados

Os resultados dos ensaios de migração total para a amostra de filme de PVC analisada são apresentados na Tabela 1.

TABELA 1. Resíduos de migração total para o filme de PVC analisado em mg/dm²(¹).

| Simulante | Condição de Contato | Média* | Desvio-padrão | Intervalo de variação |
|---|----------------------------|---------------|----------------------|------------------------------|
| Água Destilada | 40 °C/10 dias | 3,6 | 2,6 | 2,3 ⁽²⁾ – 7,6 |
| Solução de ácido acético em água destilada a 3% (m/v) | 40 °C/10 dias | 4,0 | 2,1 | 2,3 ⁽²⁾ – 6,7 |
| Óleo de oliva | 40 °C/10 dias | 12,5 | 0,5 | 12,1 – 13,1 |

(1) Resultados de quatro determinações

(2) Limite de quantificação do método nas condições analíticas utilizadas



GOVERNO DO ESTADO DE SÃO PAULO
SECRETARIA DE AGRICULTURA E ABASTECIMENTO
AGÊNCIA PAULISTA DE TECNOLOGIA DOS AGRONEGÓCIOS
INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

Os resultados apresentados levam em consideração o que está válido atualmente na Resolução nº105/99 da ANVISA no que diz respeito aos requisitos da análise de migração total com o simulante gorduroso óleo de oliva, bem como tratamento de amostra e interpretação dos resultados, com exceção da tolerância analítica que está especificada Diretiva 2002/72/EC. Assim que a Consulta Pública nº 30, de 26 de maio de 2009 entrar em vigor esses valores não serão mais válidos, pois serão adotados outros critérios de tratamento de amostra.

Todos os corpos de prova do filme de PVC analisado, após o contato com o simulante gorduroso óleo de oliva, apresentaram alteração perceptível visualmente, perdendo a flexibilidade original do filme.

O limite máximo de migração total estabelecido na Resolução nº 105/99 é de 8,0 mg de resíduo/dm² de material polimérico, com uma tolerância analítica de 10% nos ensaios para os simulantes aquosos, sendo, portanto, de 8,8 mg/dm² o valor máximo tolerável.

Os valores de migração total encontrados na amostra analisada, para os simulantes água destilada e solução de ácido acético em água destilada a 3% (m/v), nas condições de contato empregadas, apresentaram-se abaixo do limite máximo estabelecido.

A tolerância analítica do método para a análise com o simulante óleo de oliva é de 3,0 mg/dm². Este limite de tolerância analítica indica que, a média dos resultados de quatro determinações do ensaio de migração total com o simulante óleo de oliva para esta amostra de filme de PVC poderia variar entre 9,5 mg/dm² e 15,5 mg/dm².

A Resolução nº 105/99 apresenta fatores de correção ("coeficientes de redução") em função do poder extrativo do simulante óleo de oliva junto à classificação dos alimentos, os quais são aplicados dividindo o resultado da migração total por valores que podem variar de 2 a 5, dependendo do alimento.

Assim, o filme de PVC analisado, pode ser aplicado para os produtos gordurosos com os fatores de correção de 2 ou maior, como detalhado a seguir:

Segundo a Resolução nº 105/99, os alimentos que permitem considerar o fator de correção 2 são:

- ✓ Margarina, manteiga e outros alimentos constituídos por emulsões de óleo e água.

Segundo a Resolução nº 105/99, os alimentos que permitem considerar o fator de correção 3 são:

- ✓ Chocolates, produtos cobertos com chocolate, substitutos e produtos cobertos com substitutos – em pasta: com substâncias gordurosas em sua superfície;
- ✓ Frutas secas (amendoim, castanha, amêndoa, avelã, noz, pinhão, etc) em forma de pasta ou creme;
- ✓ Pescado fresco, refrigerado, salgado, defumado ou em pasta;
- ✓ Todos os queijos que não sejam integral, com casca ou fundidos;
- ✓ Preparados para sopas e caldos, líquidos, sólidos ou pó (extratos, concentrados): preparados alimentícios, compostos homogeneizados, alimentos prontos - líquidos ou em pasta: com substâncias gordurosas em sua superfície;
- ✓ Maionese, molhos derivados de maionese, cremes para saladas e outras emulsões de óleo em água;
- ✓ Mostardas (exceto mostarda em pó);
- ✓ Cacau em pasta.

Segundo a Resolução nº 105/99, os alimentos que permitem considerar o fator de correção 4 são:

- ✓ Carnes de todas as espécies zoológicas (inclusive aves e produtos de caça): frescas, refrigeradas, salgadas, defumadas ou na forma de pasta ou creme;
- ✓ Carnes processadas (presunto, salame, toucinho, fiambres, etc);
- ✓ Alimentos fritos ou torrados de origem animal.



GOVERNO DO ESTADO DE SÃO PAULO
SECRETARIA DE AGRICULTURA E ABASTECIMENTO
AGÊNCIA PAULISTA DE TECNOLOGIA DOS AGRONEGÓCIOS
INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

Segundo a Resolução nº 105/99, os alimentos que permitem considerar o fator de correção 5 são:

- ✓ Produtos de pasteleria, biscoitos, tortas, produtos de panificação, secos: com substâncias gordurosas em sua superfície;
- ✓ Produtos de pasteleria, tortas, produtos forneados frescos: com substâncias gordurosas em sua superfície;
- ✓ Chocolates, produtos cobertos com chocolate, substitutos e produtos cobertos com substitutos – em forma sólida: com substâncias gordurosas em sua superfície;
- ✓ Frutas secas (amendoim, castanha, amêndoa, avelã, noz, pinhão, etc) descascadas e torradas;
- ✓ Alimentos fritos ou torrados: batatas fritas, frituras e similares;
- ✓ Preparados para sopas e caldos, líquidos, sólidos ou pó (extratos, concentrados): preparados alimentícios, compostos homogeneizados, alimentos prontos – em pós ou desidratados: com substâncias gordurosas em sua superfície;
- ✓ Sanduíches, pão torrado e similares contendo todo tipo de alimentos: com substâncias gordurosas em sua superfície;
- ✓ Sorvetes: com substâncias gordurosas;
- ✓ Alimentos secos: com substâncias gordurosas em sua superfície;
- ✓ Cacau em pó.

Conclusões

- ✓ Sob o aspecto de migração total para os simulantes água destilada e solução de ácido acético em água destilada a 3% (m/v), a amostra de filme de PVC de 10 µm fabricado pela BandFilmes com a resina sp1300 da Braskem e com o aditivo plastificante primário vegetal Olvex 51 atende ao limite especificado na Resolução nº 105/99 para contato prolongado a temperaturas de até 40 °C com os alimentos e bebidas dos Tipos I, II e VI;
- ✓ Sob o aspecto de migração total para o simulante óleo de oliva, a amostra de filme de PVC fabricado pela BandFilmes com a resina sp1300 da Braskem e com o aditivo plastificante primário vegetal Olvex 51 de 10 µm atende ao limite especificado na Resolução nº 105/99 para contato prolongado a temperaturas de até 40 °C com os alimentos e bebidas oleosos ou gordurosos listados acima (Tipo III a e b, no que diz respeito ao conteúdo de gordura e Tipo IV) que permitem a correção do valor de migração total pelos fatores 2, 3, 4 e 5 como descrito na Resolução nº 105/99.
- ✓ Assim que a Consulta Pública nº 30, de 26 de maio de 2009 entrar em vigor esses valores não serão mais válidos, pois serão adotados outros critérios de tratamento de amostra.

Este documento não exclui a necessidade de comprovação de que a formulação do material atende às Listas Positivas e a realização de ensaio(s) complementar(es), que porventura seja(m) necessário(s), para o efetivo atendimento da legislação vigente para aprovação para contato com alimentos.

O ensaio apresentado neste relatório faz parte do escopo da habilitação do CETEA/ITAL pela Rede Brasileira de Laboratórios Analíticos em Saúde – Reblas. Entretanto, os pareceres e interpretações dos resultados não fazem parte desse escopo.

Referências

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução nº 105, de 19 de maio de 1999. Aprova os Regulamentos Técnicos: Disposições Gerais para Embalagens e Equipamentos Plásticos em contato com Alimentos e seus Anexos. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 20 maio de



GOVERNO DO ESTADO DE SÃO PAULO
SECRETARIA DE AGRICULTURA E ABASTECIMENTO
AGÊNCIA PAULISTA DE TECNOLOGIA DOS AGRONEGÓCIOS
INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

1999. Seção 1, p. 21-34. Disponível em: <http://e-legis.anvisa.gov.br/leisref/public/showAct.php?id=19772>. Acesso em: 09 de dezembro de 2009.

THE COMMISSION OF THE EUROPEAN COMMUNITIES. Corrigendum to Commission Directive 2002/72/EC, of 06 August 2002. Relating to plastic materials and articles intended to come into contact with foodstuffs. Official Journal of the European Union, L 220, Luxembourg, p. L 39/42, 13 feb. 2003. Disponível em: <http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/foodcontact/2002-72_en.pdf >. Acesso em: 14 dez. 2009.

Observações

Este trabalho foi realizado com equipamentos e instrumentos de inspeção, medição e ensaio calibrados. Suas incertezas totais estão de acordo com os critérios de aceite estabelecidos pelo Sistema de Gestão da Qualidade do ITAL e não foram consideradas no cálculo dos resultados apresentados, mas encontram-se à disposição do contratante, mediante consulta formal.

Este relatório foi elaborado de acordo com a Norma Interna CE-017 - Elaboração e Envio de Relatórios, os resultados apresentados aplicam-se apenas às amostras enviadas ao CETEA para ensaio e só pode ser reproduzido na íntegra, a reprodução parcial requer aprovação formal deste Centro.

Os documentos e registros relativos a esse trabalho, assim como a cópia desse relatório, serão mantidos pelo CETEA pelo período de 5 anos.

Este relatório somente é válido com as assinaturas ou a rubrica originais em todas as páginas.

Campinas, 14 de dezembro de 2009.

Joyce Borghetti
Pesquisador(a) Analítico Tecnológico

Eloisa Elena Corrêa Garcia
Gerente - Embalagens Plásticas e Meio Ambiente

RAm 1018/09
GSN