

## Validación de la determinación de 1,3-butadieno en simulantes de alimentos

Etcheverry, M. J.<sup>(1)</sup>; Ruiz de Arechavaleta, M.<sup>(1)</sup>; Rosso, A.<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup>INTI-Contaminantes Orgánicos

### Introducción

El butadieno es una sustancia gaseosa a temperatura ambiente que ha sido evaluada como peligrosa debido a su potencial carcinogénico. El 1,3-butadieno es un monómero utilizado en la manufactura de ciertos materiales de envases plásticos y artículos que puedan estar en contacto con alimentos. Durante la fabricación de copolímeros de 1,3-butadieno, el monómero de 1,3-butadieno puede quedar retenido en el polímero, y posteriormente migrar al alimento que esté en contacto con el polímero del material del envase. La concentración máxima de 1,3-butadieno está regulada tanto en la Comunidad Económica Europea como en el MERCOSUR.

El objetivo de este trabajo es demostrar que la metodología utilizada en el laboratorio para la determinación de 1,3-butadieno en simulantes de alimentos es adecuada y confiable.

### Metodología / Descripción Experimental

La metodología utilizada es la descrita en una norma en estudio de la Comunidad Económica Europea[1]. Utiliza cromatografía gaseosa/ head-space.

La validación del método se llevó a cabo siguiendo los lineamientos de nuestro procedimiento interno.

La determinación de 1,3-butadieno se realizó en los distintos simulantes de alimentos: agua, solución ácido acético 3 % m/v, etanol 15 % v/v, aceite de girasol. Estos son simulantes de alimentos regulados en la Normativa MERCOSUR y en la Comunidad Económica Europea.

La calibración se realizó para los distintos simulantes con utilización de n-pentano como estándar interno.

**Equipos:** Cromatógrafo Hewlett-Packard modelo 5890 Serie II, con detector de ionización de llama; muestreador automático de Head-Space Hewlett-Packard modelo 7694.

**Reactivos:** 1,3-butadieno (pureza > 99 %); n-pentano

(pureza > 99 %); y N,N-dimetilacetamida libre de interferencias en los tiempos de retención del 1,3-butadieno y del n-pentano.

**Materiales:** columna GSQ, longitud 30 m, diámetro interno 530  $\mu\text{m}$ ; microjeringas Hamilton de 10, 50, y 100  $\mu\text{l}$ ; viales tipo penicilina de 10 ml, septas de teflón y precintos de aluminio. Elementos de protección personal.

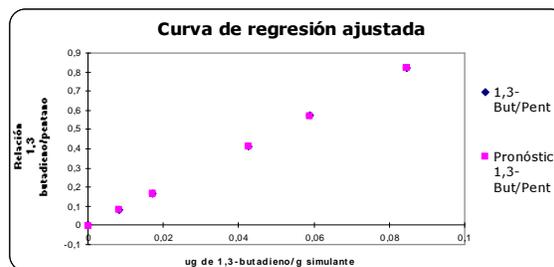


Figura 1: Curva de calibración en simulante agua.

### Resultados

Se determinó como límite de cuantificación una concentración de 0,01  $\mu\text{g}$  de 1,3-butadieno por gramo de simulante

Se evaluó linealidad en el rango de 0 – 0,1  $\mu\text{g}$  de 1,3-butadieno por gramo de simulante.

La repetibilidad y la exactitud fueron evaluadas para concentraciones correspondientes al límite de cuantificación y para concentraciones de niveles medios de las curvas de calibración, en cada simulante.

La recuperación fue evaluada en concentraciones del nivel medio de las curvas de calibración.

Los datos obtenidos en la evaluación de linealidad, repetibilidad, y recuperación son presentados en la Tabla 1.

Tabla 1

SIMULANTE	Linealidad		Repetibilidad		Recuperación
	Coefficiente de correlación	Suma residual de cuadrados (%)	Coefficiente de variación (%) para 0,01 µg/g	Coefficiente de variación (%) para 0,05 µg/g	(%)
Agua	0,99999	0,532	1,49	0,672	99
Ác. acético 3% m/v	0,99973	2,41	3,46	0,376	100
Etanol 15 % v/v	0,99959	2,92	1,21	0,583	102
Aceite de girasol	0,99970	2,38	3,21	1,03	99

### Conclusiones

El límite de cuantificación hallado es adecuado para asegurar que las muestras no superan el valor máximo aceptado por la regulación de 1,3-butadieno. La Normativa MERCOSUR<sup>[2]</sup> establece 0,02 mg/kg de simulante de alimento como límite de migración específica.

El sistema estudiado resultó lineal en el rango evaluado. Se obtuvieron repetibilidades menores al 5% para concentraciones correspondientes al límite de cuantificación y menores al 2% para concentraciones de niveles medios de las curvas de calibración, en cada simulante.

La exactitud evaluada mediante el test de hipótesis, en los dos niveles de concentración en donde se calculó, no contribuye a la incertidumbre global del método.

Las recuperaciones obtenidas son óptimas teniendo en cuenta que el 1,3-butadieno es un analito gaseoso que se encuentra a nivel de trazas en los simulantes.

El método utilizado para la cuantificación de 1,3-butadieno en simulantes de alimentos es adecuado.

### Referencias

- [1] Método en estudio en el comité CEN/TC 194- WI n° 00194109, por EN 13130-15.  
 [2] MERCOSUR, Reglamento técnico sobre "Lista positiva de polímeros y resinas para envases y equipamientos plásticos en contacto con alimentos".  
 [3] R. L. Anderson, "Practical statistics for analytical chemists", Van Nostrand Reinhold, 1987, New York.

Para mayor información contactarse con:  
 Jimena Etcheverry –contaminantesorganicos@inti.gov.ar