



300627

UNIVERSIDAD LA SALLE

ESCUELA DE QUIMICA INCORPORADA A LA U.N.A.M.

35
2ej

**DETERMINACION DE MONOMERO DE CLORURO DE VINILO
EN ALIMENTOS DE PH NEUTRO Y ACIDO
POR CROMATOGRAFIA DE GASES.**

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

TESIS PROFESIONAL
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO
P R E S E N T A
TERESITA DE LA TORRE GARCIA

DIRECTOR DE TESIS: Q. IRENE MONTALVO VELARDE

MEXICO, D. F.

1992



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

INDICE

CAP.		PAG.
1	OBJETIVO	1
2	ANTECEDENTES	2
3	GENERALIDADES	
	3.1 PROPIEDADES FISICAS, QUIMICAS Y TOXICAS DEL MONOMERO DE CLORURO DE VINILO	5
	3.2 PROPIEDADES FISICAS, QUIMICAS Y TOXICAS DEL CLORURO DE POLIVINILO	11
	3.3 PROCESO DE FORMULACION Y EXTRUSION DE BOTELLAS	17
	3.4 FENOMENO DE OCLUSION DEL MONOMERO DE CLORURO DE VINILO EN LA RESINA Y SU TRANSFERENCIA AL ALIMENTO	22
	3.5 FUNDAMENTO DEL METODO	25

CAP.		PAG.
4	PARTE EXPERIMENTAL	30
	4.1 DETERMINACION DE LA CONCENTRACION DE MONOMERO DE CLORURO EN VINILO EN ALIMENTOS DE PH NEUTRO Y ACIDO	31
	4.2 DETERMINACION DE DENSIDAD	39
	4.3 DETERMINACION DE % SOLIDOS	42
	4.4 MEDICION DE PH	44
	4.5 METODO ESTADISTICO	46
5	PRESENTACION Y ANALISIS DE RESULTADOS	51
6	CONCLUSIONES	94
7	RECOMENDACIONES	96
	BIBLIOGRAFIA	97

CAPITULO 1

OBJETIVO

Determinar la transferencia del monómero de Cloruro de Vinilo residual presente en la botella de PVC (Cloruro de Polivinilo), a alimentos de pH neutro y ácido por Cromatografía de Gases (Head Space Gas Chromatography Analyzer).

CAPITULO 2

ANTECEDENTES

Las resinas de PVC fueron caracterizadas hace más de 100 años, pero adquirieron importancia comercial en Alemania hasta la Segunda Guerra Mundial, y en Estados Unidos durante la época de la guerra y la posguerra. (1)

Es difícil determinar el valor total anual de los productos fabricados de PVC, ya que actualmente existen una gran variedad de productos compuestos de PVC con otros materiales como metal, tela y otros polímeros. La industria del PVC da trabajo a miles de personas en todo el mundo, se requiere una enorme cantidad de mano de obra no solo en la síntesis del monómero, del polímero y de toda la industria de los productos derivados del PVC, sino también en todos los trabajos relacionados con la fabricación de otras materias primas necesarias para esta floreciente industria como son los plastificantes, estabilizantes, pigmentos y una gran variedad de productos.

Las resinas de PVC se han infiltrado en diferentes tipos de aplicaciones, podemos citar algunas de ellas, la industria eléctrica al producir recubrimientos para cable; la industria de recubrimientos para pisos ha sido verdaderamente revolucionada con la introducción del PVC obteniéndose materiales para cubrir pisos muy económicos y durables.

Hacia 1947 hubo grandes avances en la industria del disco, gracias a las resinas de PVC, se comenzaron a fabricar los long-play de alta fidelidad e irrompibles; también hubo muchas innovaciones en la industria de telas, materiales de construcción, de automóviles y camiones (1). La industria de material de empaque ha sido una de las que ha tenido los mas importantes avances, ya que con la introducción del PVC se han podido fabricar una gran variedad de empaques que varían en usos y propiedades, desde la película flexible hasta los envases moldeados rígidos.

La mayoría de los productos ya existían en el mercado, pero el PVC produjo notables mejoras en su funcionamiento y en la producción y comercialización de estos artículos, ya que es el único polímero cuya formulación es tan versátil, que permite el desarrollo de una serie de compuestos con una amplia gama de propiedades físicas, químicas, térmicas, ópticas y eléctricas.

Los contenedores plásticos, se van abriendo camino en sectores que anteriormente se asociaban con materiales tradicionales como el vidrio y el metal, actualmente muchos productos se asocian con envases plásticos y cada día son más aceptados como formas familiarizadas de empaque. (2)

La tecnología de manufactura de contenedores extruidos que tienen propiedades que ayudan a la conservación del producto, ha logrado gran aceptación en el área de alimentos.

Se han desarrollado nuevas formulaciones en las que los aditivos y sistemas de estabilizadores prometen avances en lo que se refiere a proceso y propiedades del producto terminado cuyo objetivo es utilizarlos en artículos para alimentos, medicinas y juguetes, ya que tienen excelente transparencia, flexibilidad a baja temperatura y no transmiten aroma ni sabor.

El uso de botellas de PVC para envasar alimentos crece día con día sustituyendo al uso del vidrio, debido a una serie de propiedades que presentan estos empaques como lo son la facilidad de manejo y transporte por ser más ligeros, reducción de espacio de almacenamiento, resistencia al impacto, transparencia por lo que se puede ver el alimento a través del empaque, desechables, irrompibles e inastillables, higiénicos no requieren de lavado ya que son desechables. Así pues reúnen una serie de características semejantes a las del vidrio, sumándose las de ser más económicos, reduciendo así el costo de producción. (2)

Cada vez se encuentran en el mercado un mayor número de alimentos empacados en PVC, entre los que podemos citar el aceite vegetal comestible, jarabes de glucosa con sabor, miel de abeja, jarabes concentrados para preparar bebidas, vinagre, bebidas alcohólicas, mermeladas, salsas para condimentar, condimentos en polvo, concentrados de vainilla, crema de cacahuete, agua mineral sin gas y agua pura, conservas en vinagre o salmuera, entre otros, por lo cual se requiere que el empaque sea totalmente seguro en lo que se refiere a salud e higiene.

El mercado de agua embotellada se ha incrementado en un 10-12%, creando así mayores oportunidades para los productores de resina y botella de PVC (3).

La resina de PVC que se utiliza en la fabricación del compuesto con que se producen las botellas extruidas en las que se empacan alimentos, contiene concentraciones conocidas de monómero de cloruro de vinilo residual.

Aún cuando durante el proceso de termoformado de envases el calor generado en los diferentes pasos facilita la evaporación del monómero residual, éste puede quedar ocluido en la paredes del envase y puede ser transferido al alimento que más tarde se empaque en él.

De lo anterior se deriva la inquietud de analizar directamente en los alimentos empacados en estas botellas, si existe el peligro de que sean contaminados por el monómero residual presente en la resina, empleando para esta determinación un método de Cromatografía de Gases muy sensible como lo es el Head Space Gas Chromatography Analyzer.

Actualmente el consumo de la resina de PVC en material de empaque representa un 8% de la producción total de resina con una tendencia a incrementarse. (4)

CAPITULO 3

GENERALIDADES

3.1 PROPIEDADES FISICAS, QUIMICAS Y TOXICAS DEL MONOMERO DE CLORURO DE VINILO.

CLORURO DE VINILO ($\text{CH}_2=\text{CHCl}$) $\text{PM} = 62.5 \text{ g/mol}$.

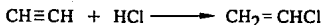
El cloruro de vinilo fue preparado en laboratorio durante la primera mitad del siglo XIX por Regnault, pero no se le dió importancia en aproximadamente 100 años. Alrededor de 1930, la producción de polímeros de PVC tuvo muy poca importancia comercial, debido a los problemas de estabilidad de los polímeros formados. Fue hasta la Segunda Guerra Mundial cuando adquirió importancia comercial, debido a las mejoras en los métodos de producción y de la estabilidad de los polímeros, logrando así alcanzar la enorme importancia comercial que tiene actualmente.

Debido al alza en el costo de los productos derivados del petróleo, es necesario desarrollar un proceso balanceado más económico para producir cloruro de vinilo.

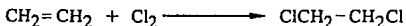
En cualquier proceso se requieren dos o tres pasos que permitan una utilización eficiente de las materias primas empleadas y que eviten la formación de productos secundarios.

La mayoría de las plantas utilizan combinaciones de etileno, acetileno, cloro, ácido clorhídrico y oxígeno como materias primas para la producción del cloruro de vinilo, el rendimiento en general está en un rango del 95 al 99%, cuando se utilizan reactivos de elevada pureza. Las siguientes reacciones muestran los pasos que se siguen durante el proceso de formación del cloruro de vinilo.

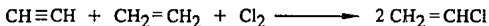
El acetileno reacciona con ácido clorhídrico para producir en un solo paso cloruro de vinilo. (17)



Si se utiliza etileno, se requieren dos pasos, primero el etileno reacciona con cloro para formar 1,2-dicloroetano y luego mediante una pirrólisis se produce el cloruro de vinilo y ácido clorhídrico. (17)

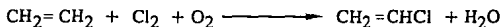


El ácido clorhídrico que se obtiene al final de la reacción puede ser utilizado para obtener cloruro de vinilo a partir de acetileno, como se muestra en la primera reacción, resultando un proceso combinado. La reacción combinada de este proceso, se representa así: (17)



También se puede obtener cloruro de vinilo partiendo del gas nafta, el cual mediante una pirrólisis produce una mezcla que contiene cantidades iguales de etileno y acetileno. Esta mezcla se trata primero con ácido clorhídrico para que reaccione el acetileno, produciendo cloruro de vinilo que es separado fácilmente. El gas restante se combina con cloro, el etileno reacciona entonces para producir 1,2-dicloroetano que es recuperado y pirrolizado para producir cloruro de vinilo y ácido clorhídrico.

Otro método para obtener el cloruro de vinilo es mediante la oxiclорinación del etileno utilizando cloruros de cobre como catalizadores. La reacción es la siguiente:



La selección del método a utilizar dependerá del costo del mismo. El costo principal en la producción del cloruro de vinilo está representado por el costo de las materias primas, que varía según el lugar donde se produzcan. En algunas partes del mundo el acetileno tienen un alto costo comparado con el etileno, por lo cual resulta más conveniente utilizar el método de hidrocloración del etileno. En Europa y Asia hay disponibilidad de gas nafta a un costo menor por lo cual este es el método que se utiliza. En Estados Unidos y otros países del mundo donde el etileno es económico, se utiliza principalmente el método de oxiclорación del etileno. En México el método utilizado es la cloración del etileno.

La especificación del cloruro de vinilo que se debe obtener al final del proceso, para que sea aceptado como materia prima para el cloruro de polivinilo, es la siguiente:

PARAMETRO	ESPECIFICACION
	ppm en peso
ETILENO	6 máx.
PROPILENO	7 máx.
ACETILENO	5 máx.
1,3-BUTADIENO	7 máx.
CLORURO DE METILO	75 máx.
CLORURO DE ETILO	35 máx.
OTROS PESADOS *	50 máx.
PUREZA CROMATOGRAFICA	99.98 mín.
MATERIAL NO VOLATIL	50 máx.
ACIDEZ (HCL)	1 máx.
ALCALINIDAD (NAOH)	3 máx.
FIERRO	0.5 máx.
AGUA	100 máx.
MATERIAL NO VOLATIL	50 máx.
APARIENCIA	CLARA Y LIBRE DE MATERIA EN SUSPENSION

* OTROS PESADOS: Monovinil Acetileno, 1,1-Dicloroetano, 1,2-Dicloroetano, Tricloroetano y 1-Cloropropano. (5)

PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS

El cloruro de vinilo es conocido también con los nombres de cloroetileno o cloroeteno. A temperatura y presión ordinaria es un gas incoloro con olor dulce, normalmente se maneja comprimido y licuado, bajo presión es un líquido muy volátil y sus vapores son extremadamente flamables. Sus vapores tienden a fluir hacia las partes bajas, debido a que su densidad es mayor a la del aire (2.15), en estado líquido y a temperatura ambiente su densidad es ligeramente menor a la del agua. Requiere áreas con suficiente ventilación y libres de fuentes de ignición.

No es corrosivo cuando está libre de humedad, pero en presencia de agua y a temperaturas elevadas acelera la corrosión del hierro ya que forma ácido clorhídrico.

Punto de Ebullición	- 13.8 °C
Punto de Congelación	-153.7 °C
Punto de Ignición	- 78.0 °C
Límite de Explosividad	3.6 a 33% a 25 °C
Temperatura de Autoignición	472.0 °C
Temperatura Crítica	158.4 °C
Presión Crítica (psia)	7.75
Presión de Vapor	54.60 Kg/cm ² a 20°C
Densidad de Vapor	2.15
Solubilidad en Agua	0.11 a 25 °C
Gravedad Específica	0.9194 (6,7)

El cloruro de vinilo es relativamente insoluble en agua pero soluble en la mayoría de los solventes orgánicos. Polimeriza exotérmicamente en presencia de luz, aire, oxígeno o catalizadores, es termoestable a temperaturas moderadamente altas. No forma peróxidos por autooxidación con tanta facilidad como otros monómeros.

El átomo de cloro es relativamente inactivo y es más estable que en otros compuestos saturados o alifáticos.

El producto principal de la combustión es el ácido clorhídrico, además de monóxido y bióxido de carbono. Presenta fenómeno de Flashback; para sofocar incendios pequeños son efectivos extinguidores de bióxido de carbono o polvo químico seco, pero no se conoce extinguidor efectivo en incendios mayores, no se pueden utilizar corrientes de agua ya que el cloruro de vinilo no se mezcla con el agua sino que flota sobre ella. Se debe esprear agua para enfriar el ambiente y los equipos en caso de incendio.

TOXICIDAD

En contacto directo con la piel es fundamentalmente irritante y por las condiciones físicas en que ordinariamente se presenta puede llegar a congelar la parte afectada. Puede producir quemaduras locales si contiene algún inhibidor.

Las propiedades anestésicas del cloruro de vinilo son de grado medio y se desarrollan lentamente. La aparición de síntomas, excepto cuando se trata de concentraciones muy altas, permite el tiempo suficiente para retirarse del ambiente afectado. La exposición prolongada en atmósferas que contengan más de 1000 p.p.m. produce una sensación de incapacidad para concentrarse, nublamiento de la visión, pasos tambaleantes, sensación de entumecimiento en pies y manos e irritación de pulmones.

Existe la evidencia de que el cloruro de vinilo es cancerígeno, lo cual ha sido comprobado en tres especies de laboratorio (ratones, ratas y hamsters) y se cree que puede ser un agente causal del angiosarcoma hepático, lo cual se ha encontrado en trabajadores expuestos a él. (8)

De ahí se derivan una serie de normas de seguridad para proteger a los trabajadores que se encuentran en constante exposición como ropa especial para evitar el contacto con la piel y lentes de protección.

3.2 PROPIEDADES FISICAS, QUIMICAS Y TOXICAS DEL CLORURO DE POLIVINILO.

CLORURO DE POLIVINILO

Las resinas de cloruro de polivinilo, llamadas generalmente resinas de PVC, son una familia de homopolímeros o copolímeros derivadas del monómero de cloruro de vinilo, en las que el cloruro de vinilo está formando por lo menos un 50% en peso de la composición del polímero, aunque el contenido usual es el 85% y las de mayor aplicación comercial son los homopolímeros de PVC que contienen el 100% de monómero. La importancia mundial de las resinas de PVC rebasa a la de cualquier otra familia de polímeros tanto en las diversas aplicaciones como en el total de productos elaborados con estas resinas. (1)

La polimerización del cloruro de vinilo es una reacción de radicales libres que requiere la existencia de moléculas que tengan un electrón desapareado que es una especie altamente reactiva que inicia una reacción en cadena. El mecanismo de la reacción por radicales libres se considera una serie gradual de reacciones, que siguen tres pasos:

- a) Iniciación, es la formación inicial de radicales libres, que requiere energía proporcionada por luz ultravioleta o por el calentamiento de la mezcla de reacción.
- b) Propagación, la formación inicial de unos cuantos radicales libres lleva a una propagación de nuevos radicales libres en una reacción que se perpetúa a sí misma.
- c) Terminación, las reacciones que llevan a la destrucción de radicales libres o a la formación de radicales libres estables, no reactivos, terminan con el ciclo de propagación. (9)

Comercialmente existen tres tipos de polimerización: polimerización en masa, polimerización en suspensión y polimerización en emulsión.

Las botellas extruidas que se utilizan como material de empaque para alimentos, se fabrican con resina de suspensión.

En la polimerización en suspensión la fase oleosa es suspendida en agua, en forma de pequeñas gotas en las que la polimerización se lleva a cabo. Requiere de algún tipo de surfactante o protector de coloide que permita que se formen los glóbulos y los mantenga estables.

Los reactores que se utilizan en la polimerización son de acero inoxidable con agitadores de hélice o turbina, de tamaños variables desde 3000 hasta 20000 galones. Los reactores son enfriados con agua que circula por la chaqueta que rodea todo el reactor, ya que es indispensable mantener una temperatura constante durante toda la reacción.

Los pasos que se siguen en la fabricación del polímero son los siguientes:

Primero se carga el reactor con agua y se agrega el agente surfactante en forma de solución o en polvo. Se agrega el catalizador y se cierra el reactor. Se extrae el aire con el fin de eliminar el oxígeno ya que podría inhibir la polimerización. Después de esto, se introduce el monómero y se calienta el reactor, para iniciar la reacción.

Una vez iniciada, la polimerización es exotérmica y se requiere mantener la temperatura mediante agua fría que circula por la chaqueta del reactor.

Al irse consumiendo el monómero, se alcanza un punto en el que el monómero ya no se encuentra libre, sino que solo se encuentra absorbido en la fase sólida reduciéndose la presión parcial del monómero, esto ocurre cuando la conversión alcanza alrededor del 70%. La presión del reactor declina y la reacción termina, entonces se extrae el monómero que no reaccionó, para reducir el monómero residual hasta valores aceptados por las normas de salud.

El slurry es bombeado a tanques de vacío y se eleva nuevamente la temperatura del agua para eliminar los residuos de monómero y de otras sustancias volátiles. Se pasa después a una centrifuga para separar la masa de agua y el material que contiene aproximadamente el 25% de agua se pasa a secadores rotativos en los que la resina se seca rápidamente ya que es hidrofóbica, el producto seco debe contener menos de un 1% de humedad.

Después del secado se pasa por mallas o tamices para remover partículas grandes o aglomeradas y asegurar así el tamaño de partícula. Entonces se pasa a las máquinas de empaque.

Durante todo el proceso es necesario llevar un estricto control, con el fin de obtener una resina que cumpla con los atributos deseados.

PROPIEDADES

Las propiedades de la resina de suspensión son las siguientes:

Densidad aparente: es una medida del peso por unidad de volumen de la resina en polvo, es útil para determinar los requerimientos de almacenamiento.

Flujo de Embudo: es el tiempo que tarda en fluir por un embudo una determinada cantidad de resina.

Tamaño de partícula y distribución de tamaño de partícula: se determina mediante una serie de mallas por las que se hace pasar la resina y se determina el porcentaje retenido en cada malla.

Porosidad: esta propiedad se puede medir observando la estructura de la partícula al microscopio, también se mide directamente por la penetración de DOP, una cantidad conocida de resina se impregna al vacío con DOP y el exceso se elimina por filtración y centrifugación, la muestra es repesada. El aumento de peso se utiliza para calcular la porosidad de la resina en ml/g. (10)

Ojos de Pescado: son pequeñas partículas que no se funden y permanecen aún después de los procesos de extrusión o laminado. Es muy importante lograr la máxima limpieza del reactor, ya que las partículas de polímero adheridas a las paredes son núcleos para la formación de ojos de pescado.

Viscosidad Inherente: es una determinación del tamaño molecular del polímero, es una propiedad importante ya que influye en la selección de las características del proceso y la calidad del producto terminado que se elabore con la resina. Se mide la viscosidad de una solución de resina comparada con la del solvente puro.

Partículas Oscuras: se desea tener el mínimo de contaminación del producto, se hace fluir una fina capa de resina sobre un vibrador y se observan las partículas oscuras en un determinado peso de resina.

Humedad: la resina no debe contener un valor mayor al 1% de volátiles al salir de secado, ya que la humedad afecta los procesos posteriores de formulación y extrusión.

TOXICIDAD

La toxicidad de las resinas de PVC, se ha enfocado tanto a las materias primas que se introducen en las formulaciones como a los polímeros por sí mismos.

Las principales materias primas han sido atacadas debido a las emisiones a la atmósfera de gases, olores y partículas sólidas, entre ellos los más perjudiciales son el acetato de vinilo y el ácido acético, algunos plastificantes y solventes, polvos de algunos ingredientes de tamaño partícula muy fina sobre todo aquellos que son considerados como altamente tóxicos, como algunos estabilizantes que contienen cadmio y plomo y pigmentos que contienen metales como mercurio, selenio, cobre, bario y titanio. (17) Algunos estabilizantes, pigmentos y otros aditivos que se utilizan en las formulaciones contienen sales de metales pesados, por lo cual son considerados como potencialmente tóxicos.

De la misma manera los plastificantes como el éster ftálico y los ésteres fosfóricos han causado controversia y prácticamente cualquier otro tipo de plastificante ha sido sospechoso de causar algún tipo de daño a la salud.

Los materiales que ayudan a la estabilidad a la luz y al color del polímero, especialmente aquellos que contienen plomo, bario, cadmio, estroncio y antimonio, son generalmente considerados como tóxicos aún cuando se añaden en muy pequeñas cantidades y que por sí mismos son muy resistentes a la migración. Tampoco los estabilizantes orgánicos escapan a la sospecha, existen familias de compuestos en las que ciertos derivados son totalmente seguros, mientras que otros, aún cuando contienen estructuras similares, pueden resultar tóxicos.

Cuando el uso final de la resina es para material de empaque para alimentos, es importante hacer notar que se debe tener especial cuidado en la selección de los aditivos que se añaden a la formulación del compuesto, ya que éstos pueden disolverse en el alimento y ser consumidos, causando daño a la salud.

En lo que se refiere al polímero por sí mismo, el principal problema que presenta es el monómero residual que puede quedar oculto en la partícula por la naturaleza misma de la resina.

Otro grave problema relacionado con la protección del medio ambiente es cuando termina la vida útil de los productos fabricados con PVC, ya que éste es muy resistente a la biodegradación, y finalmente son desechados en el mar o enterrados; o son incinerados, pero al ser quemados producen humos altamente venenosos y corrosivos.

3.3 PROCESO DE FORMULACION Y EXTRUSION DE BOTELLAS

El cloruro de polivinilo puede ser considerado el más versátil de los materiales plásticos, ya que dependiendo de la formulación puede ser un producto flexible o rígido de alto impacto. Puede ser opaco o transparente, y puede formularse para ser no tóxico, no flamable y estable a la luz, y tiene un sin fin de aplicaciones.

El cloruro de polivinilo en forma de resina no es utilizable, solamente incorporando aditivos se convierte en una forma que puede ser convertida en un producto final útil.

La composición del PVC se define como la adición de componentes a la base de resina que permiten que sea procesada para obtener un producto terminado con las propiedades deseadas y al menor costo.

Para obtener un compuesto que sea rígido se selecciona la formulación apropiada, lo cual requiere analizar un amplio rango de propiedades y condiciones de proceso. El PVC rígido puede ser formulado de acuerdo a las normas de la Secretaría de Salubridad y Asistencia y de la U.S. Food and Drug Administration (FDA) cumpliendo así con los requerimientos para su uso en alimentos.

Los aditivos que se agregan al PVC, se clasifican en los siguientes grupos:

Tipo de Resina

Estabilizantes

Lubricantes

Auxiliares de Proceso

Modificadores de Impacto

Plasticantes

Pigmentos

Tipo de Resina: la resina más comúnmente utilizada es el homopolímero de suspensión, ya que muestran una mayor resistencia química y a la distorsión por calor, generalmente pueden ser formuladas con una mayor resistencia al impacto, además de ser la resina más económica. La resistencia al impacto y las propiedades físicas generalmente se incrementan al ser mayor el peso molecular de la resina, pero la facilidad para ser procesada, disminuye.

Estabilizantes: el estabilizante se añade para impedir la degradación de la resina con el aumento de la temperatura en el proceso. Previenen la aparición de color. Se dividen en cinco familias: mercapturos de estaño, carboxilatos de estaño, bario-cadmio, calcio-zinc y plomo. Los más eficientes son los mercapturos de estaño, en ocasiones se utilizan combinaciones de mercapturos y carboxilatos para obtener las ventajas de ambos grupos. Se utilizan combinaciones de sales de estaño, calcio, magnesio y zinc cuando se desea que no sean tóxicos, están aprobadas por la agencias de salud y la FDA para su uso en material de empaque para alimentos, ya que han demostrado que no migran hacia el contenido.(17)

Lubricantes: los estabilizantes previenen la degradación del del PVC rígido, pero dificultan el proceso, ya que la resina se adhiere al equipo de proceso, para evitar esto se añade un lubricante. Los lubricantes pueden afectar la claridad, propiedades físicas y de impacto, resistencia al medio ambiente y estabilidad el calor del producto terminado. Los lubricantes más utilizados son estearatos y lauratos metálicos, ácido esteárico, mono- y diésteres de glicerol, alcoholes grasos, parafinas, aceites minerales y estearatos orgánicos.

Modificadores de Impacto: una vez que se han agregado los estabilizantes y lubricantes, el producto se torna quebradizo, para lograr la resistencia al impacto se adiciona a la formulación materiales gomosos, que generalmente tienen un grado limitado de compatibilidad con la resina y forman un sistema heterogéneo de dos fases, los materiales que han demostrado efectividad como modificadores de impacto son acrílicos y polietilenos clorados.

Auxiliares de Proceso: están diseñados para facilitar el proceso al mismo tiempo de minimizar efectos adversos en las propiedades del producto terminado. En la extrusión de botellas para obtener un extrudado terso se dispone de tres tipos de auxiliares de proceso: acrílicos, copolímeros de estireno y acrilonitrilo y polietilenos clorados.

Plastificantes: éstos pueden considerarse como auxiliares de proceso ya que reducen la viscosidad y generalmente ayudan a obtener un producto terminado terso, pero tienden a producir un efecto adverso en las propiedades físicas del producto terminado como reducción de la temperatura de distorsión, resistencia al impacto y a agentes químicos, por lo cual su uso en aplicaciones rígidas debe ser evitado en lo posible. Generalmente se prefiere como plastificante el DOP.

Pigmentos: los pigmentos se eligen básicamente para obtener el color deseado, algunos pigmentos contienen sales metálicas de plomo, selenio, antimonio o cobre, que pueden reaccionar con los grupos sulfhidrilo de los mercapturos que se añaden como estabilizantes produciendo manchas en el interior.

El producto final de la formulación generalmente requiere un mezclado homogéneo y una forma para que esté listo para ser utilizado. En 1942, Goodrich produjo el primer compuesto comercial granulado. (17)

La mayoría de los equipos para obtener productos comerciales derivados del PVC utilizan el compuesto sólido en forma de pellets, además de que la mayoría de los consumidores de compuesto encuentran más práctico y económico comprar el compuesto final en esta forma. Existen varias formas distintas de pellets: gránulos, pellets cilíndricos, pellets cúbicos y pellets molidos. Todos estos se obtienen cortando bandas o trozos sólidos de compuesto fluido homogéneo en pellets de forma más o menos regular. El compuesto fluido se obtiene por procesos de mezclado utilizando molinos de rodillos dobles, mezcladores internos, extrusores o mezcladores continuos. Para la formación de productos rígidos transparentes, como las botellas para alimentos, se tienen mejoras significativas en la claridad cuando se utilizan pellets.

La extrusión es una técnica muy útil y es la más usada para convertir el PVC en productos comerciales. Alrededor de 45 a 50% de los productos de PVC son procesados por extrusión.

La capacidad del PVC para aceptar la modificación por extensión al ser mezclado con ingredientes adicionales permite su uso en una amplia variedad de productos.

Existen extrusores de hélice sencilla o doble. En el extrusor de hélice simple, el compuesto es alimentado a través de una tolva a una barra helicoidal cuya temperatura está controlada, la cual lo transporta y funde, haciéndolo pasar entonces por un orificio. La hélice está dividida en tres zonas: zona de alimentación, zona de compresión y zona de medición.

Los extrusores de doble hélice el compuesto se hace pasar entre dos barras helicoidales colocadas una muy cerca de la otra. Tiene ventajas como la de utilizar una temperatura menor en la extrusión, lo cual provee un amplio margen de seguridad en la degradación del compuesto, pudiéndose utilizar menores cantidades de estabilizantes, reduciéndose también los costos de producción. El compuesto fundido es más viscoso y se bombea de manera más uniforme, pudiéndose obtener productos de tamaño mayor con paredes más delgadas y resistentes.

El tipo de extrusor más utilizado en botella para alimentos es el extrusor simple.

El PVC rígido puede ser inflado y moldeado para producir botellas de excelente claridad, resistencia y baja permeabilidad. Las botellas para alimentos requieren compuestos de PVC formulados especialmente para este fin que sean libres de sabor y olor.

En el proceso de inflado de botellas, la resina extruida caliente que sale por el orificio del extrusor es cargado a un molde frío y se expande mediante aire inyectado para forzar el extrudado a tomar la forma del molde. Puede utilizarse bióxido de carbono líquido para expandir el extrudado, reduciendo el tiempo de enfriado.

3.4 FENOMENO DE OCLUSION DEL MONOMERO DE CLORURO DE VINILO EN LA RESINA Y SU TRANSFERENCIA AL ALIMENTO

Durante la polimerización del cloruro de vinilo, se alcanza un punto en el que el monómero ya no se encuentra libre sino que está absorbido en la fase sólida, cuando esto ocurre el polímero representa aproximadamente el 70% y el monómero 30%. El monómero queda ocluido dentro de los poros de la resina. (17)

La porosidad o estructura interna es una propiedad de la resina de suspensión de PVC que es afectada por las variables de proceso, los surfactantes que se adicionan para lograr una suspensión homogénea producen partículas de porosidad mayor y más uniforme. La relación agua a monómero en la suspensión afecta la densidad aparente de la resina y también la porosidad, a mayor porosidad menor densidad aparente. Una rápida extracción del monómero residual al final de la polimerización favorece también la porosidad del producto final.

Al observar al microscopio, las partículas porosas se ven opacas y no transmiten la luz, si se agrega plastificante DOP, la resina comienza a absorberlo llenando los poros de plastificante, la partícula se vuelve brillante y transmite la luz, esto ocurre a los 10-30 min, dependiendo del tamaño del poro.

La porosidad es una propiedad muy importante para seleccionar el uso final de la resina y determinar el tiempo de proceso.

El monómero queda ocluido en los poros de la resina y se mantiene ahí aún después de empacada la resina y más tarde al formular el compuesto, queda distribuido uniformemente en los pellets; durante el proceso de extrusión y termoformado de la botella se elimina aproximadamente el 15% del monómero residual, pero queda una concentración de éste en las paredes del envase. Después del termoformado y antes de llenar la botella el cloruro de vinilo se difunde a través de las paredes de la botella al aire exterior e interior. (3)

El monómero de cloruro de vinilo residual presente en las botellas puede ser extraído por el contenido de éstas durante el tiempo de almacenamiento, el cual tienen una capacidad limitada para absorber el monómero. La concentración del monómero en el contenido de la botella, es una función de la concentración inicial, la naturaleza del contenido, y el tiempo y la temperatura de almacenamiento.

La extracción del monómero es un proceso de difusión. En una solución en equilibrio, la distribución del soluto es uniforme, las moléculas de soluto están en constante movimiento. El desplazamiento neto del soluto en un periodo de tiempo es igual a cero. Si se produce un gradiente de concentración los solutos tienden a moverse de la región de mayor concentración a la de menor concentración hasta alcanzar el equilibrio. El movimiento neto de las moléculas de soluto en respuesta a un gradiente de concentración se define como difusión.

La difusión es una consecuencia de la 2a. Ley de la Termodinámica, en la que todos los estados tienden a ocurrir en dirección al incremento de Entropía. (11)

El monómero se difunde al contenido hasta que la concentración de éste en el contenido alcanza un valor máximo y entonces comienza una difusión del contenido hacia la botella y de ésta al aire que la rodea. Finalmente el contenido del monómero en el alimento alcanza un valor de cero, pero esto requiere de un largo tiempo. (12)

La FDA establece un límite de 10 ppm para la concentración de monómero de cloruro de vinilo residual presente en envase para alimentos, y un límite de 1 ppm para la concentración presente en alimentos. (13)

La extracción del monómero por el alimento se basa en los siguientes 5 puntos:

- 1) La concentración del monómero es uniforme en la botella.
- 2) El monómero es removido por la superficie exterior a la misma velocidad que se difunde al interior.
- 3) La concentración del monómero en el contenido de la botella es completamente uniforme.
- 4) La concentración de monómero en la superficie interior, está en equilibrio con la concentración de monómero en el contenido.
- 5) El coeficiente de difusión es independiente de tiempo y espacio. (12)

Finalmente la concentración del monómero en el contenido del envase es una función del peso y volumen de la botella, que son variables que pueden modificarse con un diseño diferente del envase. Se puede disminuir el peso de la botella para un volumen específico, logrando una disminución de la difusión.

3.5 FUNDAMENTO DEL METODO ANALITICO

HEADSPACE GAS CHROMATOGRAPHY ANALYZER

La cromatografía de gases por el método indirecto del Headspace Chromatography Analyzer (HSGC) aprovecha el equilibrio termodinámico que se establece entre los componentes volátiles de una muestra líquida o sólida y la fase gaseosa que lo rodea en un vial sellado que se calienta a una temperatura constante. (13)

Alícuotas del gas que rodea a la muestra son removidas por medio de un gas inerte para ser analizadas por Cromatografía de Gases. El gas utilizado para la extracción debe tener una solubilidad ideal para cualquier componente volátil, y tener una pureza superior a la de cualquier líquido o gas, eliminando así problemas de interferencia por impurezas que pudieran producir picos en el cromatograma. Normalmente se utiliza como gas inerte el nitrógeno.

El HSGC es una solución ideal a problemas prácticos en el laboratorio en lo que se refiere a análisis de trazas en muestras complejas.

En el área de protección de la salud ha adquirido gran importancia en lo que se refiere a tóxicos volátiles y carcinógenos, que requieren restricciones muy estrictas con el fin de proteger la salud.

Fundamentalmente no es un nuevo método analítico sino una técnica especializada para analizar gases, ya que existen otros métodos para la determinación de compuestos volátiles presentes en líquidos y sólidos, pero no son suficientemente sensibles y si la muestra contiene varios componentes en la fase de vapor se determina la suma de ellos.

El Headspace en combinación con la Cromatografía de Gases ha adquirido importancia por su eficiente resolución, alta sensibilidad y selectividad de los diferentes detectores del cromatógrafo de gases.

Su aplicación incluye determinación de residuos de solventes en productos químicos y material de empaque, monómeros residuales y sustancias olorosas en plásticos y dispersiones de polímeros, ingredientes en alimentos, análisis de trazas en material acuoso como agua para beber, bebidas alcohólicas y no alcohólicas, en análisis de alcohol en sangre y en medicina forense. (14)

Es una técnica específica para determinación de trazas, que no requiere tratamientos preliminares de la muestra como extracción o destilación para concentrarlas. Y tiene la ventaja de no contaminar las columnas cromatográficas con agua y otros materiales de alto punto de ebullición o no volátiles, lo cual es una ventaja sobre la técnica de cromatografía directa. Se obtienen además mejores separaciones ya que no se necesita vaporizar toda la muestra.

Las posibles aplicaciones del HSGC están limitadas, ya que debido a la baja concentración en la fase gaseosa, no se pueden utilizar las técnicas de concentración de la Cromatografía de Gases tradicional porque requieren de grandes volúmenes de vapor que generalmente no se tienen en el análisis del HSGC, ya que las muestras normalmente son pequeñas. Solo se pueden utilizar técnicas de microconcentración o absorción química. Esta desventaja se elimina utilizando detectores específicos para la determinación de ciertas sustancias.

El análisis requiere de una técnica especial, los parámetros del aparato deben mantener la temperatura de la muestra constante y reproducible. La manipulación durante el muestreo y preparación debe ser cuidadosa, ya que la condensación y fracción de los componentes volátiles ocurre fácilmente y afecta la integridad del análisis cuantitativo por lo cual se ha diseñado un equipo especial de HSGC.

El método cuantitativo más confiable de HSGC es aquel que emplea un aparato automático, en este aparato la muestra se introduce directamente desde el vial a la columna cromatográfica por medio de un exceso de presión.

El instrumento puede estar equipado con cualquier detector como el detector de ionización de flama, conductividad térmica o captura de electrones y funciona automáticamente, así se elimina el error humano sobretodo en lo que se refiere a la extracción de la alícuota del vial y su inyección al cromatógrafo.

Los pasos que se siguen en el análisis son los siguientes:

La muestra es introducida en un vial o ampollita de 10 cc., que es cerrado herméticamente con un septum de hule y un tapón de aluminio. (14)

El instrumento posee un termostato con capacidad de 30 muestras, que asegura que todas las muestras alcancen el equilibrio termodinámico. Estas muestras son sucesivamente llevadas al inyector, ya que el termostato es a la vez un plato giratorio.

Al empezar el análisis el plato giratorio se levanta por medio de un mecanismo automático y una aguja hipodérmica penetra el septum de goma. Al mismo tiempo el gas acarreador alcanza una presión, controlada por un regulador, que es igual a la presión a la entrada de la columna, la válvula del inyector se cierra automáticamente y el gas acarreador es insertado en la columna.

Cuando el periodo de muestreo termina el plato giratorio baja. Una corriente adicional de gas acarreador se hace pasar por el inyector automático a través de otra válvula con el fin de remover los componentes volátiles que pudieran acarrear en el subsiguiente análisis, dejando así la columna lista para la siguiente inyección, este flujo puede ser tan prolongado como se requiera. Cuando esta operación termina comienza el análisis de la siguiente muestra.

CARACTERISTICAS DEL VIAL Y SU PREPARACION

El volumen del vial no debe ser muy grande comparado con la cantidad de muestra ya que resultaría una evaporación total del componente analizado a la fase gaseosa, la muestra no alcanzaría el equilibrio con la fase gaseosa y el análisis cuantitativo no sería satisfactorio.

Se utilizan viales de 10 cc. para contener muestras de 2 a 5 cc. o gramos, el vidrio debe ser suficientemente grueso y fuerte para soportar altas presiones.

Para transferir la muestra al vial debe tenerse cuidado de que ninguno de los componentes volátiles de la muestra se pierda por evaporación.

La cantidad adecuada de muestra se transfiere al vial y éste es sellado herméticamente por medio de un septum de goma o silicón, el material del septum se elige dependiendo del tipo de sustancia que se vaya a analizar y de su absorción en el septum, lleva además una tapa de aluminio tipo ampolleta, que se cierra a presión utilizando unas pinzas especiales. El fin de este sello es el de impedir que la muestra que ha alcanzado el equilibrio se escape del vial, ya que esto afectaría la reproducibilidad del análisis cuantitativo y su certeza.

La muestra queda así lista para ser introducida a la tornamesa del HSGC. La extracción de la alcuota, que se va a analizar es el paso más importante en la determinación cuantitativa de la muestra.

FUENTES DE ERROR

- 1) El requerimiento más importante para el análisis cuantitativo es la estabilidad del aparato utilizado.
- 2) Es también esencial conocer el tiempo requerido para alcanzar el equilibrio, muestras viscosas requieren un periodo mayor que las de menor viscosidad.
- 3) La diferencia en la velocidad de difusión de la sustancia a la fase de vapor puede ser una de las causas principales de error, si el tiempo de equilibrio es corto y el volumen de muestra es grande.
- 4) El tipo de septum que se utilice debe ser adecuado, ya que cantidades considerables de los componentes traza pueden ser absorbidos por el septum de goma, afectando la reproducibilidad y certeza del análisis. Esta es una de las principales causas de error y depende del peso molecular y de la estructura molecular del componente analizado. Como no es posible eliminar el septum de goma, debe determinarse el factor de corrección para el septum y tomarlo en cuenta al calcular los resultados analíticos. Para fines prácticos, no es de vital importancia esta determinación. (13)

CAPITULO 4

PARTE EXPERIMENTAL

4.1 DETERMINACION DE LA CONCENTRACION DE MONOMERO DE CLORURO DE VINILO EN ALIMENTOS DE PH NEUTRO Y ACIDO

4.2 DETERMINACION DE DENSIDAD EN ALIMENTOS.

4.3 DETERMINACION DE % DE SOLIDOS.

4.5 MEDICION DEL PH DE LOS ALIMENTOS.

4.5 METODO ESTADISTICO.

4.1 DETERMINACION DE LA CONCENTRACION DE MONOMERO DE CLORURO DE VINILO EN ALIMENTOS DE PH NEUTRO Y ACIDO

4.1.1 MATERIAL Y EQUIPO

- 1) Cromatógrafo de Gases Perkin-Elmer, modelo F-45, HeadSpace Analyzer equipado con accesorio para flujo posterior de gas acarreador (backflush).
- 2) Tornamesa con termostato para acondicionamiento de muestras.
- 3) Viales o ampollitas de 22 ml., con tapas de aluminio y septums, sellos de goma de butilo que se reconocen por su color gris. No se deben usar sellos de silicón.
- 4) Pinza para sellar viales.
- 5) Termómetro de 0 a 100 °C.
- 6) Columnas cromatográficas, Poropak Q 50/80 M, de 3 ft. x 1/8 in. y de 6 ft. x 1/8 in. en acero inoxidable.
- 7) Detector de Ionización de Flama.
- 8) Septo de tipo sandwich para dosificación automática, de 13 mm.
- 9) Integrador modelo Sigma 15 Chromatography Data Station.
- 10) Estándares de cloruro de vinilo en nitrógeno de concentración conocida: 12, 110 y 971 ppm.
- 11) Balanza analítica Kern S 2000, con capacidad de pesada de ± 0.0001 gr.
- 12) Cilindro de hidrógeno con regulador de dos pasos.
- 13) Cilindro de aire con regulador de dos pasos.
- 14) Cilindro de nitrógeno con regular de dos pasos.
- 15) Fluómetro de burbuja de jabón.
- 16) Papel térmico.

4.1.2 PREPARACION DEL EQUIPO

1 Se acondicionó la columna cromatográfica a 160 °C durante toda la noche.

2 Se ajustó el flujo de los gases:

- a) Flujo de Nitrógeno - se abrió el regulador del cilindro a 50 psig, se ajustó el regulador del flujo de nitrógeno en el cromatógrafo para obtener un flujo de 30 cc/min. Se midió el flujo a la salida de la columna utilizando el fluómetro de burbuja.
- b) Flujo de Aire - se abrió el regulador del cilindro a 50 psig, se ajustó el regulador del cromatógrafo para proporcionar aire al quemador con un flujo de 250 a 300 cc/min. Se midió el flujo con el fluómetro de burbuja.
- c) Flujo de Hidrógeno - se abrió el regulador del cilindro a 30 psig, se ajustó el regulador del cromatógrafo para obtener un flujo de 35 ± 5 cc/min. Se midió el flujo con el fluómetro de burbuja.

3 Se establecieron las siguientes temperaturas:

- a) Temperatura del horno 140 °C.
- b) Temperatura de la línea 170 °C.
- c) Temperatura del inyector 170 °C.
- d) Temperatura de la tornamesa 90 °C.
- e) Detector de Ionización de Flama 170 °C.
- f) Temperatura ambiente del laboratorio 23 °C.

4 Se fijaron los pasos del programa:

Tiempo de inyección: 5 seg.

Tiempo de análisis: 8 min.

Tiempo de flujo posterior (backflush): 15 min.

Tiempo de estabilización: 0 min.

5 Encendido del detector de ionización de flama:

Se presionó el botón de encendido, cuando los flujos están ajustados correctamente, el quemador debe encender en 5 segundos.

4.1.3 CALIBRACION

- 1 Los estándares para la calibración se prepararon colocando dos gotas de agua destilada y desmineralizada en un vial y después se llenó el vial con el estándar de cloruro de vinilo en nitrógeno de concentración conocida, luego se taparon rápidamente con el septum de goma y la tapa de aluminio. Primero se purgó la línea del estándar dentro de una campana, abriendo el regulador al máximo, luego se ajustó el flujo de 500 a 1000 cc/min. El vial se llenó con estándar durante 90 segundos, en este tiempo el tubo de salida del estándar se fue deslizando gradualmente desde el fondo hasta la parte superior del vial, para desplazar todo el aire contenido en éste. Después se selló el vial rápidamente. Se probó el sello colocando una gota de agua sobre el septum.
- 2 Cada una de las concentraciones se preparó por triplicado y se corrieron en las mismas condiciones que las muestras problema.

3 El factor de respuesta R_f se calculó mediante la siguiente fórmula:

$$R_f = \frac{\text{Area del estándar}}{\text{Concentración del estándar}} \quad (\text{Fórmula 1})$$

Se utilizaron 3 estándares de las siguientes concentraciones 12, 110 y 971 ppm, se prepararon por triplicado, obteniéndose una serie de pares de datos que se sustituyeron en la fórmula 1, los valores obtenidos se promediaron para calcular un factor de respuesta promedio.

4.1.4 PREPARACION DE LAS MUESTRAS

- 1 Para seleccionar los seis alimentos que se utilizaron, se hizo una prueba previa con varios alimentos que venían envasados en PVC, se prepararon dos muestras de cada alimento y se analizó el contenido de monómero de cloruro de vinilo presente en las muestras. Se eligieron aquellas muestras que mostraron cromatogramas con picos cuantificables.
- 2 Una vez que se seleccionaron los seis alimentos se compraron 10 envases de cada tipo de alimento en tres diferentes supermercados. Se hizo un muestreo dirigido, seleccionando al azar un envase de la parte superior del estante, otro del centro y otro de la parte inferior del mismo estante. La última muestra se seleccionó de cualquiera de las repisas del estante, hasta completar las 10 muestras. Todas las muestras eran de la misma marca, a excepción de la salsa de soya fue de tres diferentes marcas y del aceite que fue de dos diferentes marcas, pero los envases eran iguales y de la misma capacidad.

Las presentaciones de los alimentos fueron las siguientes:

Vinagre	1 lt.
Concentrado de jamaica	1 lt.
Mermelada de Fresa	650 g.
Salsa de Soya	175 ml.
Aceite de Cártamo	1 lt.
Agua Osmopura	1 lt.

3 Las muestras estaban cerradas tal y como se venden en el mercado, y se abrieron en el momento de utilizarlas, después de agitarlas vigorosamente para homogeneizar el contenido. Se numeró cada uno de los envases. Se preparó cada muestra por duplicado, de cada uno de los 10 envases de cada alimento se prepararon dos viales.

4 Los viales se numeraron de igual forma que las muestras, con el fin de identificarlas. Se pesó la cantidad adecuada de muestra de 1 a 4 gramos según el caso o se midieron con pipetas volumétrica cuando eran líquidas de 1 a 5 ml. Se anotó el peso o la medida exacta, luego se agregaron dos gotas de agua destilada y desmineralizada y el vial se selló inmediatamente. La cantidad de muestra se seleccionó de acuerdo a una serie de factores como lo son la cantidad de monómero de cloruro de vinilo que se esperaba encontrar en el alimento, el volumen que ocupaba en el vial, la posibilidad de que algún elemento contenido en el alimento pudiera interferir en el análisis.

Cantidad de muestra:

Vinagre	2 ml.
Concentrado de Jamaica	4 g.
Mermelada	4 g.
Salsa de soya	1 g.
Accite de cártamo	4 g.
Agua osmopura	5 ml.

- 5 Se colocaron en la tornamesa siguiendo el orden de los números en la parte superior de ésta, el baño estaba a una temperatura de 90 °C y se dejó acondicionando durante 1 hora antes de comenzar las inyecciones.
- 6 Después de una hora de acondicionamiento, se procedió a la inyección. La tornamesa rota automáticamente hasta colocarse en la posición donde se encuentra el indicador de metal. Se oprime el botón para iniciar la inyección y el aparato automáticamente analiza las muestras, siguiendo los pasos del programa. El cromatógrafo está conectado al integrador, por lo cual grafica el cromatograma e integra el área del pico en forma inmediata.

4.1.5 CALCULO DE LOS RESULTADOS

La concentración del monómero de cloruro de vinilo residual (C_{mcvr}) presente en los alimentos, se calculó en ppm utilizando la siguiente fórmula, que caracteriza el equilibrio en el Head Space.

$$C_{mcvr} = \frac{A_s P_a}{R_f T_1} \left[\frac{M_v V_g}{R m} + K_p (ST) T_2 + K_w (1 - ST) T_2 \right]$$

(Fórmula 2)

Donde:

C_{mcvr} = Concentración de monómero de cloruro de vinilo en ppm.

A_s = Area del pico de cloruro de vinilo del cromatógrafo en cuentas de área.

P_a = Presión atmosférica en mm de Hg.

R_f = Factor de respuesta en cuentas de área/ppm

M_v = Peso molecular del cloruro de vinilo (62.5 g/mol)

V_g = Volumen de la fase de vapor en cc. Volumen del vial (22.8 cc) - volumen de la muestra.

R = Constante de los gases (62360 cc mm Hg/mol °K)

R = Constante de los gases (62360 cc mm Hg/mol °K)

m = Peso de la muestra en gramos.

K_p = Constante de la Ley de Henry para el VCM en sólidos a 90 °C (6.52×10^{-6} g/g/mm Hg)

K_w = Constante de la Ley de Henry para el VCM en agua a 90 °C (7×10^{-7} g/g/mm Hg)

ST = Sólidos totales expresados como fracción decimal.

T_1 = Temperatura ambiente del laboratorio en °K.

T_2 = Temperatura del equilibrio en °K.

4.2 DETERMINACIÓN DE DENSIDAD EN ALIMENTOS

Fue necesario determinar la densidad de los alimentos con el fin de conocer el volumen que ocupaban las muestras de los alimentos en cada vial, y restando este valor al volumen conocido del vial 22.8 cc. obtener el volumen del gas en equilibrio dentro del vial (V_g).

Cuando la muestra se midió con pipeta volumétrica, se determinó la densidad para calcular el peso de muestra utilizada (m).

$$d = \frac{m}{V} \quad (\text{Fórmula 3})$$

4.2.1 MATERIAL Y EQUIPO

Probetas de 500 ml.

Termómetro de 0 a 100 °C.

Densímetros de los siguientes rangos:

0.800 a 0.900 Líquidos ligeros a 20 °C.

0.900 a 1.000 Líquidos ligeros a 20 °C.

1.000 a 1.200 Líquidos ligeros a 20 °C.

4.2.2 PROCEDIMIENTO

Se determinó la densidad o gravedad específica de aceite, vinagre, agua pura, salsa de soya y concentrado de jamaica.

Para realizar este análisis se llenó la probeta con cada una de las muestras y se utilizó el densímetro adecuado en cada caso para determinar la gravedad específica.

- a) Vinagre - se determinó la densidad de las muestras utilizando un densímetro del rango 1.000 a 1.200 (líquidos ligeros a 20 °C), se tomó la temperatura de la muestra. Este valor se utilizó para conocer el peso de la muestra contenido en el vial, ya que las muestras de vinagre se midieron con pipeta volumétrica de 2 ml.
- b) Concentrado de Jamaica - se determinó la densidad de las muestras utilizando un densímetro del rango 1.000 a 1.200 (líquidos ligeros a 20 °C), se tomó la temperatura de la muestra. Este valor se utilizó para calcular el volumen de muestra contenido en el vial, ya que las muestras de concentrado de jamaica se pesaron en balanza analítica.
- c) Salsa de Soya - se determinó la densidad de las muestras utilizando un densímetro del rango 0.800 a 0.900 (líquidos ligeros a 20 °C), se tomó la temperatura de la muestra. Este valor se utilizó para calcular el volumen de muestra contenido en el vial, ya que las muestras de salsa de soya se pesaron en balanza analítica.
- d) Aceite de Cártamo - se determinó la densidad de las muestras utilizando un densímetro del rango 0.900 a 1.000 (líquidos ligeros a 20 °C), tomando la temperatura de la muestra. Este valor se utilizó para calcular el volumen de muestra contenido en el vial, ya que las muestras de aceite de cártamo se pesaron en balanza analítica.

- e) Agua Osmopura - se determinó la densidad de las muestras utilizando un densímetro del rango 0.900 a 1.000 (líquidos ligeros a 20 °C), se tomó la temperatura de la muestra. Este valor se utilizó para conocer el peso de la muestra contenido en el vial, ya que las muestras de agua osmopura se midieron con pipeta volumétrica de 5 ml.
- f) Mermelada de fresa - para determinar la densidad de la mermelada de fresa, se pesaron 10 g de muestra y se colocaron en un probeta de 50 ml. con agua destilada a 20 °C, con el fin de medir el volumen desplazado, y se calculó la relación masa/volumen. El valor obtenido se utilizó para calcular el volumen que ocupaban las muestras de mermelada de fresa que previamente se habían pesado en balanza analítica.

4.3 DETERMINACION DE SOLIDOS TOTALES

Se determinaron los sólidos totales presentes en las muestras, ya que era necesario conocer este valor para sustituirlo en la fórmula para calcular la concentración de monómero de cloruro de vinilo residual presente en las muestras (Fórmula 2).

4.3.1 MATERIAL Y EQUIPO

Charolas de aluminio de 4 cm. de diámetro.

Lámpara de infrarojo a 130 °C.

Balanza analítica Kern S 2000

Desecador.

Horno a 150 °C.

4.3.2 PROCEDIMIENTO

Se analizó el % de sólidos en salsa de soya, concentrado de jamaica, mermelada de fresa y aceite.

Las charolas se pusieron a peso constante durante 4 horas, en horno a 150 °C y se guardaron en desecador hasta que se utilizaron.

Para salsa de soya, concentrado de jamaica y mermelada de fresa se pesó la cantidad de muestra necesaria para el análisis y se colocó durante 30 min. bajo la lámpara de infrarojo, hasta sequedad. Se colocaron en el desecador durante 30 min. hasta que se enfriaron y se pesaron nuevamente.

La cantidad de muestra que se pesó en cada alimento fue:

Salsa de soya	3 g.
Concentrado de jamaica	5 g.
Mermelada de fresa	4 g.

Para aceite se siguió el mismo procedimiento, pero se colocó en la estufa a 300 °C hasta sequedad, se pesó la siguiente cantidad:

Aceite	5 g.
--------	------

4.3.3 CALCULOS

Los sólidos totales se calcularon mediante la siguiente ecuación:

$$ST = \frac{\text{Peso muestra seca}}{\text{Peso muestra}} \times 100$$

(Fórmula 4)

4.4 MEDICION DEL PH EN ALIMENTOS

Se midió el pH de los alimentos con el fin de analizar si existía alguna relación entre la concentración del monómero de cloruro de vinilo residual encontrado en los alimentos y el pH de los mismos.

4.4.1 MATERIAL Y EQUIPO

Vasos de Precipitado de 250 ml.

Piseta de agua destilada previamente neutralizada.

Embudo de Separación de 250 ml.

Potenciómetro Metrohm 605 pH-meter.

Balanza Granataria

4.4.2 REACTIVOS

Solución buffer de pH 4 y 7.

4.4.3 PROCEDIMIENTO

1 Se estandarizó el potenciómetro utilizando las soluciones buffer de pH cercano al pH de las muestras, se utilizaron buffer de pH 4 y 7, ya que las muestras eran de pH neutro a ácido.

2 Preparación de las muestras:

- a) Vinagre, salsa de soya, concentrado de jamaica y agua pura - se agitó perfectamente la muestra y se tomó la lectura directa del pH de todas las muestras con el potenciómetro.
- b) Aceite - Se realizó primero una extracción con agua neutralizada, se midieron 100 ml. de aceite y 100 ml. de agua, se colocó en un embudo de separación de 250 ml. y se agitó varias veces. Se dejó reposar la muestra hasta que se formaron dos fases y se separó la fracción inferior que correspondía al agua. Se tomó la lectura del pH del agua con que se realizó la extracción. (30)
- c) Mermelada de Fresa - se preparó una solución al 20% peso/volumen. Se pesaron 40 gr. de muestra previamente molida, se disolvieron en 160 ml. de agua destilada neutralizada y se agitó durante 10 min. Se tomó la lectura del pH de la solución. (29)

4.5 METODO ESTADISTICO

4.5.1 METODO ESTADISTICO DESCRIPTIVO

El método estadístico descriptivo, se empleó para recoger, organizar, resumir y analizar datos, utilizando medidas de tendencia central como la media y la mediana y medidas de dispersión como la desviación estándar o típica.

La media es un valor típico o representativo de un conjunto de datos, que suele situarse hacia el centro del conjunto de datos ordenados.

$$\bar{X} = \frac{\sum X}{N} \quad (\text{Fórmula 5})$$

La mediana de un conjunto de números ordenados en magnitud, ya sea en forma ascendente o descendente, es el valor central o la media de los dos valores centrales.

La desviación estándar es una medida de que tan esparcidos se encuentran los datos.

$$S = \sqrt{(X - \bar{X})^2} \quad (\text{Fórmula 6})$$

4.5.2 DIAGRAMA DE DISPERSION

El diagrama de dispersión se utilizó para encontrar la relación entre dos variables, se obtuvo marcando pares de datos en un sistema de coordenadas rectangulares, los valores que se repiten se graficaron como círculos concéntricos. Si se repiten muchos valores, se hace una tabla de frecuencia.

Una vez marcados los puntos se obtuvo la mediana para abscisas y ordenadas y se trazaron líneas rectas con el fin de dividir el diagrama en cuadrantes que se numeraron en sentido contrario a las manecillas del reloj partiendo del cuadrante superior derecho. Se contaron los puntos que caen sobre las líneas trazadas en las medianas y al valor se le denomina N, el cual se busca en la Tabla de Pruebas de Signo para encontrar el valor límite de número de puntos.

Se contaron los puntos de cada cuadrante y se calcularon las siguientes sumas:

$$I + III$$

$$II + IV$$

Si la suma de $I + III$, $II + IV$ es menor al valor límite para N, se dice que los datos tienen correlación. Para calcular la extensión de la correlación se puede utilizar el método de coeficiente de correlación.

En un diagrama de dispersión si los puntos parecen estar en una recta la correlación se llama lineal, si los puntos parecen estar sobre algún tipo de curva, se dice que es una correlación no lineal, si no hay relación entre las variables, se dice que no hay correlación.

Cuando se encuentra una correlación no lineal, se puede hacer una transformación adecuada según el caso, para expresarlo en términos de una línea recta. Para este fin se pueden realizar diagramas de dispersión graficando logaritmos naturales de los datos en uno o en ambos ejes coordenados.

TABLA DE PRUEBAS DE SIGNO

N LIM. DE NUMERO DE PUNTOS PARA I + III, II + IV		N LIM. DE NUMERO DE PUNTOS PARA I + III, II + IV	
20	5	42	14
21	5	44	15
22	5	46	15
23	6	48	16
24	6	50	17
25	7	52	18
26	7	54	19
27	7	56	20
28	8	58	21
29	8	60	21
30	9	62	22
32	9	64	23
34	10	66	24
36	11	68	25
38	12	70	26
40	13		

4.5.3 CALCULO DEL COEFICIENTE DE CORRELACION

La correlación o grado de interconexión en las variables intenta determinar con que precisión describe un modelo la relación entre variables.

El coeficiente de correlación se calculó mediante la siguiente fórmula:

$$r = \frac{S_{xy}}{(S_{xx} S_{yy})^{1/2}} \quad (\text{Fórmula 7})$$

donde:

$$S_{xx} = \frac{\sum x_i^2}{N} - \frac{(\sum x_i)^2}{N} \quad (\text{Fórmula 8})$$

$$S_{yy} = \frac{\sum y_i^2}{N} - \frac{(\sum y_i)^2}{N} \quad (\text{Fórmula 9})$$

$$S_{xy} = \frac{\sum x_i y_i}{N} - \frac{(\sum x_i)(\sum y_i)}{N} \quad (\text{Fórmula 10})$$

4.5.4 CALCULO DEL COEFICIENTE DE DETERMINACION

El coeficiente de determinación es una medida de la adecuación de un modelo de regresión. R^2 es el cuadrado del coeficiente de correlación. Los valores que puede tomar son $0 \leq R^2 \leq 1$, cuanto más se aproxime este valor a unidad, tanto más aproximado el modelo. Se puede expresar también como en forma de % de adecuación del modelo de regresión.

$$R^2 = r^2 \quad (\text{Fórmula 11})$$

CAPITULO 5

PRESENTACION Y ANALISIS DE LOS RESULTADOS

5.1 CALCULO DEL FACTOR DE RESPUESTA

Se calculó el factor de respuesta, como se explicó en el capítulo anterior, utilizando 3 estándares de cloruro de vinilo en nitrógeno de concentración conocida. El factor de respuesta promedio que se obtuvo fue 0.0249. Los resultados se presentan en la siguiente tabla:

CONCENTRACION PPM	AREAS			AREA PROMEDIO	Rf
	1	2	3		
12	0.2901	0.2550	0.2702	0.2718	0.0226
110	2.2688	3.4321	2.8523	2.8511	0.0259
971	18.8806	27.8182	29.2044	25.3011	0.0261

Rf PROMEDIO	0.0249
-------------	--------

5.2 CALCULO DE LAS CONCENTRACIONES DE CLORURO DE VINILO EN ALIMENTOS DE PH NEUTRO Y ACIDO

Para determinar la concentración de cloruro de vinilo en alimentos como se mostró en el capítulo de metodología, se requiere calcular también la densidad de la muestra para saber así el volumen que ocupaba la muestra dentro del vial y por diferencia el volumen del gas en equilibrio (V_g); y el porcentaje de sólidos totales en las muestras.

5.2.1 VINAGRE

- a) Para conocer la concentración de monómero de cloruro de vinilo en 10 muestras de vinagre envasadas en botellas de PVC, cada muestra se analizó por duplicado en el Cromatógrafo de Gases. Se obtuvieron cromatogramas con el área de los picos ya integrada.
- b) Se determinó la densidad de las 10 muestras de vinagre, para calcular con este valor el peso de muestra utilizada, ya que el volumen de muestra era conocido.
- c) No se determinó el % de sólidos totales en vinagre, ya que es una muestra totalmente líquida y volátil.

Una vez obtenidos estos valores se sustituyeron en la fórmula no. 2 descrita en la metodología, para calcular la concentración de monómero de cloruro de vinilo en las muestras de vinagre. Los resultados se encuentran en la tabla 1.

El valor mínimo de la concentración de monómero de cloruro de vinilo residual encontrado en las muestras de vinagre fue 0.8087 ppm y el valor máximo fue 3.3303 ppm, el valor promedio encontrado fue 1.8572 ppm con una desviación estándar de 0.6728.

La concentración de monómero de cloruro de vinilo residual que se determinó en la mayoría de las muestras de vinagre está por arriba de los límites permitidos por la FDA que es de 1 ppm, solamente un dato estuvo debajo del límite que fue 0.8087, es decir que el 95 % de los valores obtenidos están fuera de la norma.

En la gráfica 1 se ilustran las concentraciones promedio de monómero de cloruro de vinilo en las 10 muestras analizadas, con el fin de ver la variación de la concentración del monómero encontrada en las muestras. La gráfica muestra el valor promedio y la desviación estándar de las muestras, con lo cual podemos observar que las concentraciones se encuentra en su mayoría dentro del rango de la media \pm la desviación estándar, solo un dato se sale de este rango con lo cual podemos decir que el 90% de los datos se encuentra dentro del rango.

La gráfica 1 muestra también el valor límite permitido por la FDA para la concentración de monómero de cloruro de vinilo en alimentos, pudiéndose observar que todos los valores promedio determinados en vinagre se encuentran por arriba del valor límite.

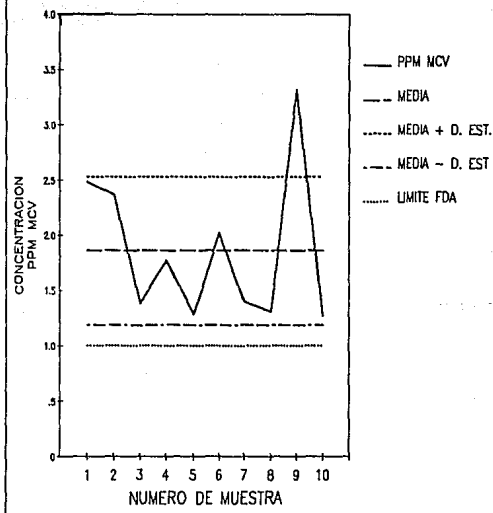
TABLA No. 1

CONCENTRACION DE MONOMERO DE CLORURO DE VINILO EN VINAGRE

NUMERO MUESTRA	DENSIDAD MUESTRA	PPM MCV	PROMEDIO PPM MCV
1	1.030	2.5364	2.4849
	1.030	2.4333	
2	1.040	2.4069	2.3649
	1.040	2.3229	
3	1.035	1.3695	1.3749
	1.035	1.3803	
4	1.040	1.7830	1.7678
	1.040	1.7525	
5	1.035	0.8087	1.2816
	1.035	1.7545	
6	1.030	2.1112	2.0225
	1.030	1.9338	
7	1.040	1.3070	1.3929
	1.040	1.4788	
8	1.030	1.0951	1.3052
	1.030	1.5153	
9	1.030	3.2944	3.3124
	1.030	3.3303	
10	1.040	1.2844	1.2655
	1.040	1.2465	

MEDIA	1.8572
D. ESTANDAR	0.6728
SUMATORIA	37.1448
V. MINIMO	0.8087
V. MAXIMO	3.3124
MEDIANA	1.7535

GRAFICA 1
CONCENTRACION DE MCV
VINAGRE



5.2.2 CONCENTRADO DE JAMAICA

- a) Para conocer la concentración de monómero de cloruro de vinilo en 10 muestras de concentrado de jamaica envasadas en botellas de PVC, cada muestra se analizó por duplicado en el Cromatógrafo de Gases. Se obtuvieron cromatogramas con el área del pico ya integrada.
- b) Se determinó la densidad de las 10 muestras de concentrado de jamaica, para calcular con este valor el volumen que ocupaba la muestra dentro del vial.
- c) Se hizo la determinación de % sólidos totales contenidos en cada una de las 10 muestras de concentrado de jamaica.

Una vez obtenidos estos valores se sustituyeron en la fórmula no. 2 para calcular de la concentración de monómero de cloruro de vinilo en las muestras de concentrado de jamaica. Los resultados se encuentran en la tabla 2.

El valor mínimo de la concentración de monómero de cloruro de vinilo residual encontrado en las muestras de concentrado de jamaica fue 0.2365 ppm y el valor máximo fue 0.5911 ppm, el valor promedio encontrado fue 0.4569 ppm con una desviación estándar de 0.0961.

La concentración de monómero de cloruro de vinilo residual que se determinó en las muestras de concentrado de jamaica está dentro de los límites permitidos por la FDA que es de 1 ppm, todos los datos son menores a este valor, es decir que el 100% de los valores obtenidos están dentro de la norma.

En la gráfica 2 se ilustran las concentraciones promedio de monómero de cloruro de vinilo presentes en las 10 muestras de concentrado de jamaica analizadas con el fin de ver la variación de la concentración encontrada en las muestras. La gráfica muestra el valor promedio y la desviación estándar de las muestras, con lo cual podemos observar que las concentraciones se encuentran en su mayoría dentro del rango de la media \pm la desviación estándar, tres datos se encuentran fuera del rango, con lo cual podemos decir que un 70% de los datos están dentro del rango.

La gráfica 2 muestra también el valor límite permitido por la FDA para la concentración de monómero de cloruro de vinilo en alimentos, pudiéndose observar que todos los valores promedio determinados en concentrado de jamaica se encuentran por abajo del valor límite.

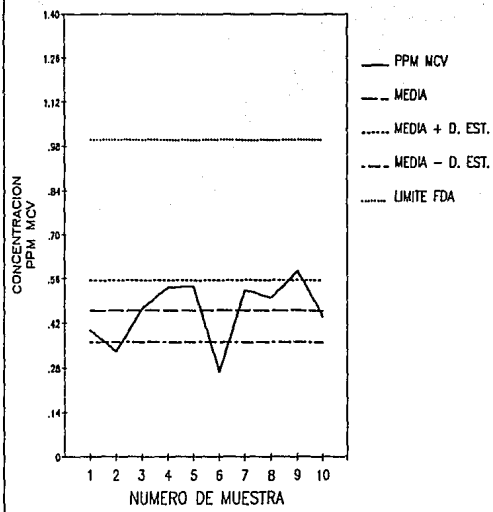
TABLA No. 2

CONCENTRACION DE MONOMERO DE CLORURO DE VINILO EN
CONCENTRADO DE JAMAICA

NUMERO MUESTRA	DENSIDAD MUESTRA	SOLIDOS TOTALES	PPM MCV	PROMEDIO PPM MCV
1	1.040	0.0326	0.3901	0.3962
	1.040	0.0326	0.4022	
2	1.060	0.0355	0.2851	0.3307
	1.060	0.0355	0.3762	
3	1.040	0.0340	0.4692	0.4643
	1.040	0.0340	0.4594	
4	1.040	0.0345	0.5336	0.5320
	1.040	0.0345	0.5303	
5	1.050	0.0321	0.5362	0.5335
	1.050	0.0321	0.5307	
6	1.060	0.0374	0.2365	0.2687
	1.060	0.0374	0.3008	
7	1.040	0.0390	0.5263	0.5215
	1.040	0.0390	0.5167	
8	1.060	0.0440	0.4781	0.4979
	1.060	0.0440	0.5176	
9	1.060	0.0408	0.5755	0.5833
	1.060	0.0408	0.5911	
10	1.050	0.0363	0.4345	0.4414
	1.050	0.0363	0.4483	

MEDIA	0.4569
D. ESTANDAR	0.0961
SUMATORIA	9.1384
V. MINIMO	0.2365
V. MAXIMO	0.5911
MEDIANA	0.4437

GRAFICA 2
CONCENTRACION DE MCV
CONCENTRADO DE JAMAICA



5.2.3 MERMELADA DE FRESA

- a) Para determinar la concentración de monómero de cloruro de vinilo en 10 muestras de mermelada de fresa envasadas en botellas de PVC, cada muestra se analizó por duplicado en el Cromatógrafo de Gases. Se obtuvieron cromatogramas con el área de los picos ya integrada.
- b) Se determinó la densidad de las 10 muestras de mermelada para calcular con este valor el volumen que ocupaba la muestra dentro del vial.
- c) Se hizo la determinación de % sólidos totales contenidos en cada una de las 10 muestras de mermelada de fresa.

Una vez obtenidos estos valores se sustituyeron en la fórmula no. 2 para calcular de la concentración de monómero de cloruro de vinilo en las muestras de mermelada de fresa. Los resultados se encuentran en la tabla 3.

El valor mínimo de la concentración de monómero de cloruro de vinilo residual encontrado en las muestras de mermelada de fresa fue 0.4678 ppm y el valor máximo fue 3.2070 ppm, el valor promedio encontrado fue 1.8331 ppm con una desviación estándar de 0.8067.

La concentración de monómero de cloruro de vinilo residual que se determinó en las muestras de mermelada de fresa es en su mayoría mayor a los límites permitidos por la FDA que es de 1 ppm, cuatro datos son menores al límite, es decir que el 80% de los valores obtenidos están fuera de la norma.

En la gráfica 3 se ilustran las concentraciones promedio de monómero de cloruro de vinilo en las 10 muestras de mermelada de fresa analizadas, con el fin de ver la variación de la concentración del monómero encontrada en las muestras. La gráfica muestra el valor promedio y la desviación estándar de las muestras, con lo cual podemos observar que las concentraciones se encuentran en su mayoría dentro del rango de la media \pm la desviación estándar, cuatro datos salen del rango con lo cual podemos decir que el 60% de los datos se encuentra dentro del rango.

La gráfica 3 muestra también el valor límite permitido por la FDA para la concentración de monómero de cloruro de vinilo en alimentos, pudiéndose observar que dos de los valores promedio determinados en mermelada de fresa se encuentran por abajo del valor límite y los ocho restantes están por arriba del límite.

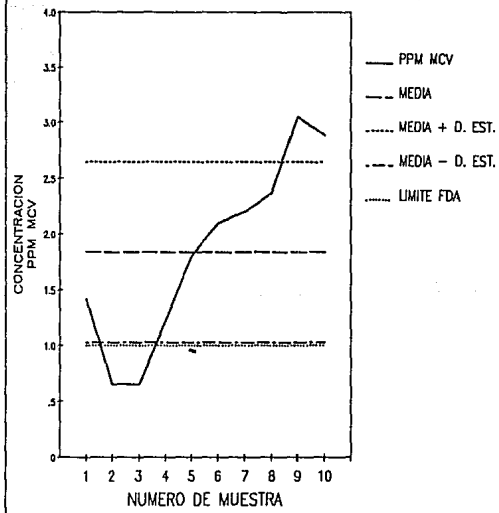
TABLA No. 3

CONCENTRACION DE MONOMERO DE CLORURO DE VINILO EN
MERMELADA DE FRESA

NUMERO MUESTRA	DENSIDAD MUESTRA	SOLIDOS TOTALES	PPM MCV	PROMEDIO PPM MCV
1	1.176	0.7085	1.3708	1.4171
	1.176	0.7085	1.4634	
2	1.333	0.6906	0.7345	0.6511
	1.333	0.6906	0.5677	
3	1.053	0.6906	0.8380	0.6529
	1.053	0.6906	0.4678	
4	1.250	0.6839	1.2430	1.2241
	1.250	0.6839	1.2051	
5	1.176	0.6928	1.6778	1.7993
	1.176	0.6928	1.9208	
6	1.111	0.6621	2.0926	2.0978
	1.111	0.6621	2.1029	
7	1.143	0.6384	2.2863	2.1996
	1.143	0.6384	2.1129	
8	1.176	0.6431	2.3751	2.3635
	1.176	0.6431	2.3518	
9	1.250	0.6603	3.2070	3.0464
	1.250	0.6603	2.8857	
10	1.111	0.6462	3.0470	2.8795
	1.111	0.6462	2.7120	

MEDIA	1.8331
D. ESTANDAR	0.8067
SUMATORIA	36.6622
V. MINIMO	0.4678
V. MAXIMO	3.2070
MEDIANA	2.0067

GRAFICA 3
CONCENTRACION DE MCV
MERMELADA DE FRESA



5.2.4 SALSA DE SOYA

- a) Para determinar la concentración de monómero de cloruro de vinilo en 10 muestras de salsa de soya envasadas en botellas de PVC, cada muestra se analizó por duplicado en el Cromatógrafo de Gases. Se obtuvieron cromatogramas con el área de los picos ya integrada.
- b) Se determinó la densidad de las 10 muestras de salsa de soya, para calcular con este valor el volumen que ocupaba la muestra dentro del vial.
- c) Se hizo la determinación de % sólidos totales contenidos en cada una de las 10 muestras de salsa de soya.

Una vez obtenidos estos valores se sustituyeron en la fórmula no. 2 para calcular de la concentración de monómero de cloruro de vinilo en las muestras de salsa de soya. Los resultados se encuentran en la tabla 4.

El valor mínimo de la concentración de monómero de cloruro de vinilo residual encontrado en las muestras de salsa de soya fue 8.6824 ppm y el valor máximo fue 26.5859 ppm, el valor promedio fue 17.4975 ppm con una desviación estándar de 5.8862.

La concentración de monómero de cloruro de vinilo residual que se determinó en todas las muestras de salsa de soya es mayor a los límites permitidos por la FDA que es de 1 ppm, es decir que el 100% de los valores obtenidos están fuera de la norma.

En la gráfica 4 se ilustran las concentraciones promedio de monómero de cloruro de vinilo en las 10 muestras de salsa de soya analizadas con el fin de ver la variación de la concentración del monómero encontrada en las muestras. La gráfica muestra el valor promedio y la desviación estándar de las muestras, con lo cual podemos observar que las concentraciones son muy distintas, pero la mayoría se encuentran en el rango de la media \pm la desviación estándar, dos datos se salen del rango con lo cual podemos decir que el 80% de los datos se encuentran dentro del rango.

La gráfica 4 muestra también el valor límite permitido por la FDA para la concentración de monómero de cloruro de vinilo en alimentos, pudiéndose observar que todos de los valores promedio determinados en salsa de soya se encuentran por arriba del valor límite.

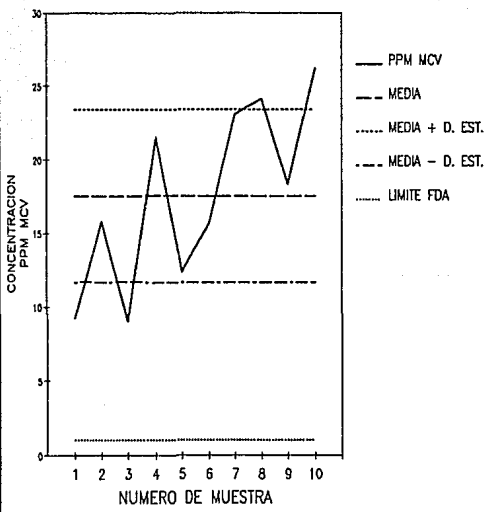
TABLA No. 4

CONCENTRACION DE MONOMERO DE CLORURO DE VINILO EN
SALSA DE SOYA

NUMERO MUESTRA	DENSIDAD MUESTRA	SOLIDOS TOTALES	PPM MCV	PROMEDIO PPM MCV
1	0.849	0.2866	9.6432	9.1628
	0.849	0.2866	8.6824	
2	0.849	0.3025	14.3014	15.7088
	0.849	0.3025	17.1161	
3	0.849	0.3105	8.9445	8.9626
	0.849	0.3105	8.9806	
4	0.882	0.3156	22.0138	21.4411
	0.882	0.3156	20.8684	
5	0.882	0.2277	11.1225	12.3348
	0.882	0.2277	13.5470	
6	0.882	0.2290	15.6903	15.6497
	0.882	0.2290	15.6090	
7	0.882	0.2298	23.0248	23.0526
	0.882	0.2298	23.0804	
8	0.890	0.2163	24.0500	24.1236
	0.890	0.2163	24.1972	
9	0.890	0.2137	18.6345	18.3464
	0.890	0.2137	18.0582	
10	0.890	0.2172	25.7990	26.1925
	0.890	0.2172	26.5859	

MEDIA	17.4975
D. ESTANDAR	5.8862
SUMATORIA	349.9492
V. MINIMO	8.6824
V. MAXIMO	26.5859
MEDIANA	17.5872

GRAFICA 4
 CONCENTRACION MCV
 SALSA DE SOYA



5.2.5 ACEITE DE CARTAMO

- a) Para determinar la concentración de monómero de cloruro de vinilo en 10 muestras de aceite de cártamo envasadas en botellas de PVC, cada muestra se analizó por duplicado en el Cromatógrafo de Gases. Se obtuvieron cromatogramas con el área de los picos ya integrada.
- b) Se determinó la densidad de las 10 muestras de aceite, para calcular con este valor el volúmen que ocupaba la muestra dentro del vial.
- c) Se hizo la determinación de % sólidos totales contenidos en cada una de las 10 muestras de aceite.

Una vez obtenidos estos valores se sustituyeron en la fórmula no. 2 para calcular de la concentración de monómero de cloruro de vinilo en las muestras de aceite de cártamo. Los resultados se encuentran en la tabla 5.

El valor mínimo de la concentración de monómero de cloruro de vinilo residual encontrado en las muestras de aceite de cártamo fue 0.0807 ppm y el valor máximo fue 1.6344 ppm, el valor promedio encontrado fue 0.5068 ppm con una desviación estándar de 0.4228.

La concentración de monómero de cloruro de vinilo residual que se determinó en las muestras de aceite de cártamo es en su mayoría menor a los límites permitidos por la FDA que es de 1 ppm, solamente dos datos son mayores a 1 ppm, es decir que el 90% de los valores obtenidos están dentro de la norma.

En la gráfica 5 se ilustran las concentraciones promedio de monómero de cloruro de vinilo en las 10 muestras de aceite de cártamo analizadas, con el fin de ver la variación de la concentración del monómero encontrada en las muestras. La gráfica muestra el valor promedio y la desviación estándar de las muestras, con lo cual podemos observar que la mayoría se encuentran dentro del rango de la media \pm la desviación estándar, solo un dato se sale del rango con lo cual podemos decir que el 90% de los datos se encuentra dentro del rango.

La gráfica 5 muestra también el valor límite permitido por la FDA para la concentración de monómero de cloruro de vinilo en alimentos, pudiéndose observar que nueve de los valores promedio determinados en aceite de cártamo se encuentran por abajo del valor límite y solo un valor está por arriba del límite.

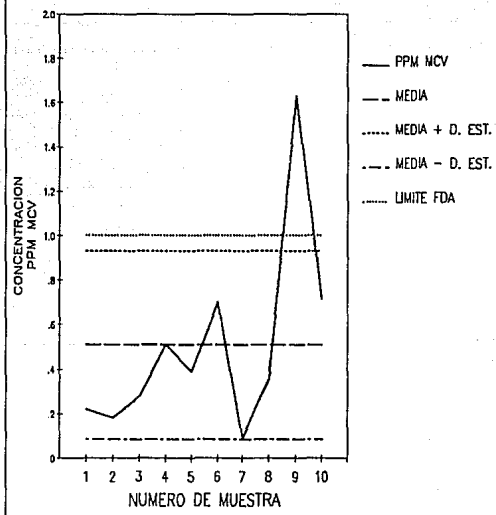
TABLA No. 5

CONCENTRACION DE MONOMERO DE CLORURO DE VINILO EN
ACEITE DE CARTAMO

NUMERO MUESTRA	DENSIDAD MUESTRA	SOLIDOS TOTALES	PPM MCV	PROMEDIO PPM MCV
1	0.918	0.5092	0.2228	0.2203
	0.918	0.5092	0.2178	
2	0.918	0.461	0.1449	0.1819
	0.918	0.461	0.2189	
3	0.918	0.4845	0.2721	0.2817
	0.918	0.4845	0.2913	
4	0.917	0.5627	0.5163	0.5100
	0.917	0.5627	0.5036	
5	0.918	0.5904	0.3722	0.3911
	0.918	0.5904	0.4099	
6	0.917	0.5817	0.7473	0.6981
	0.917	0.5817	0.6488	
7	0.917	0.4772	0.0936	0.0872
	0.917	0.4772	0.0807	
8	0.919	0.5315	0.3435	0.3571
	0.919	0.5315	0.3707	
9	0.919	0.5023	1.6344	1.6261
	0.919	0.5023	1.6178	
10	0.919	0.6094	0.7149	0.7149
	0.919	0.6094	0.7149	

MEDIA	0.5068
D. ESTANDAR	0.4228
SUMATORIA	10.1364
V. MINIMO	0.0807
V. MAXIMO	1.6344
MEDIANA	0.3715

GRAFICA 5
 CONCENTRACION DE MCV
 ACEITE DE CARTAMO



5.2.6 AGUA OSMOPURA

- a) Para determinar la concentración de monómero de cloruro de vinilo en 10 muestras de agua osmopura envasadas en botellas de PVC, cada muestra se analizó por duplicado en el Cromatógrafo de Gases. Se obtuvieron cromatogramas con el área de los picos ya integrada.
- b) Se determinó la densidad de las 10 muestras de agua osmopura, para calcular con este valor el peso de muestra analizada, ya que el volumen era conocido.
- c) No se determinó el % de sólidos totales en agua osmopura, ya que es una muestra totalmente líquida.

Una vez obtenidos estos valores se sustituyeron en la fórmula no. 2 para calcular de la concentración de monómero de cloruro de vinilo en las muestras de agua osmopura. Los resultados se encuentran en la tabla 6.

El valor mínimo de la concentración de monómero de cloruro de vinilo residual encontrado en las muestras de agua osmopura fue 0.1549 ppm y el valor máximo fue 0.4717 ppm, el valor promedio fue 0.3205 ppm con una desviación estándar de 0.1195.

La concentración de monómero de cloruro de vinilo residual que se determinó en las muestras de agua osmopura está dentro de los límites permitidos por la FDA que es de 1 ppm, todos los datos son menores a este valor, es decir que el 100% de los valores obtenidos están dentro de la norma.

En la gráfica 6 se ilustran las concentraciones promedio de monómero de cloruro de vinilo en las 10 muestras analizadas, con el fin de ver la variación de la concentración encontrada en las muestras. La gráfica muestra el valor promedio y la desviación estándar de las muestras, con lo cual podemos observar que las concentraciones varían poco, y que en su mayoría se encuentran dentro del rango de la media \pm la desviación estándar, tres datos están fuera del rango con lo cual podemos decir que el 70% de los valores se encuentran dentro del rango.

La gráfica 6 muestra también el valor límite permitido por la FDA para la concentración de monómero de cloruro de vinilo en alimentos, pudiéndose observar que todos los valores promedio determinados en agua osmopura se encuentran por abajo del valor límite.

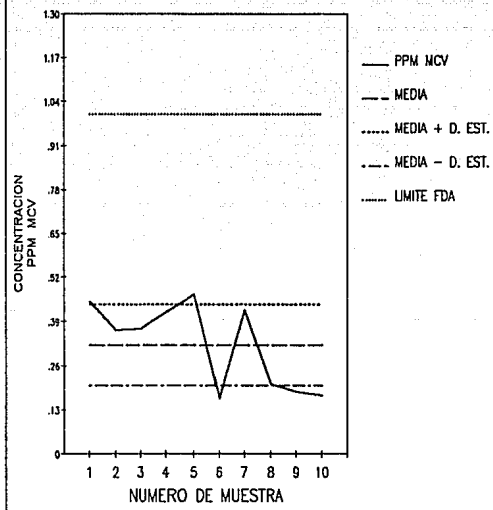
TABLA No. 6

**CONCENTRACION DE MONOMERO DE CLORURO DE VINILO EN
AGUA OSMOPURA**

NUMERO MUESTRA	DENSIDAD (g/ml)	PPM MCV	PROMEDIO PPM MCV
1	0.997	0.4277	0.4469
	0.997	0.4660	
2	0.997	0.3648	0.3633
	0.997	0.3618	
3	0.995	0.3556	0.3676
	0.995	0.3795	
4	0.995	0.3953	0.4154
	0.995	0.4354	
5	0.995	0.4717	0.4686
	0.995	0.4655	
6	0.996	0.1549	0.1632
	0.996	0.1714	
7	0.995	0.3917	0.4223
	0.995	0.4528	
8	0.996	0.2025	0.2046
	0.996	0.2067	
9	0.996	0.1876	0.1816
	0.996	0.1755	
10	0.996	0.1706	0.1717
	0.996	0.1728	

MEDIA	0.3205
D. ESTANDAR	0.1195
SUMATORIA	6.4098
V. MINIMO	0.1549
V. MAXIMO	0.4686
MEDIANA	0.3633

GRAFICA 6
 CONCENTRACION DE MCV
 AGUA OSMOPURA



5.3 MEDICION DEL PH DE LOS ALIMENTOS

Se midió el pH de los alimentos con el fin de encontrar si existe una correlación entre el pH del alimento y la concentración del monómero de cloruro de vinilo encontrado en las muestras analizadas, dada la poca similitud en el origen de ellas.

Las lecturas de pH se tomaron con un potenciómetro, previamente estandarizado.

5.3.1 VINAGRE

Se tomó la lectura directa del pH de cada una de las 10 muestras de vinagre. Las lecturas obtenidas se encuentran en la tabla 7.

Los valores de pH obtenidos en las muestras de vinagre varían muy poco, el valor mínimo fue 2.91 y el valor máximo fue 3.03, la media es de 2.98 con una desviación estándar de 0.04 que es muy pequeña.

La norma no reporta un valor determinado de pH para vinagre comercial.

5.3.2 CONCENTRADO DE JAMAICA

Se tomó la lectura directa del pH de cada una de las 10 muestras de concentrado de jamaica. Las lecturas obtenidas se encuentran en la tabla 8.

Los valores de pH obtenidos en las muestras de concentrado de jamaica varían muy poco, el valor mínimo fue 3.00 y el valor máximo fue 3.09, el valor promedio fue 3.03 con una desviación estándar de 0.03 que es muy pequeña.

El valor de pH encontrado para las muestras de concentrado de jamaica está dentro del rango de valores permitidos por la norma que es de 3 a 7.

TABLA No. 7

PH DEL VINAGRE

NUMERO MUESTRA	pH
1	3.02
2	3.01
3	2.97
4	3.02
5	3.03
6	3.02
7	3.00
8	2.93
9	2.96
10	2.91

MEDIA	2.99
D. EST.	0.04
SUMATORIA	29.87
V. MINIMO	2.91
V. MAXIMO	3.03
MEDIANA	3.01

TABLA No. 8

PH DEL CONC. DE JAMAICA

NUMERO MUESTRA	pH
1	3.06
2	3.06
3	3.07
4	3.04
5	3.02
6	3.02
7	3.00
8	3.00
9	3.01
10	3.09

MEDIA	3.04
D. EST.	0.03
SUMATORIA	30.37
V. MINIMO	3.00
V. MAXIMO	3.09
MEDIANA	3.03

5.3.3 MERMELADA DE FRESA

Se determinó el pH de la mermelada de fresa siguiendo el procedimiento explicado en el capítulo de metodología. Las lecturas obtenidas se encuentran en la tabla 9.

Los valores de pH obtenidos en las muestras de mermelada de fresa varían muy poco, el valor mínimo fue 4.69 y el valor máximo fue 5.01, el valor promedio fue 4.90 con una desviación estándar de 0.09 que es muy pequeña.

El valor de pH encontrado en las muestras de mermelada de fresa no corresponde a los valores reportados en la norma para este alimento, que permite valores de pH de 3.00 a 3.50. Esto pudo deberse a que no se utilizó el método para determinación de pH que propone la norma, en el cual se deben pesar 100 g. de fruta y disolverse en 10 a 20 ml. de agua y en el método utilizado se prepara una solución con 20 g. de fruta en 80 ml. de agua. También pudo deberse a que la solución de mermelada de fresa no estuviera homogeneizada correctamente.

5.3.4 SALSA DE SOYA

Se tomó la lectura directa del pH de cada una de las 10 muestras de salsa de soya. Las lecturas obtenidas se encuentran en la tabla 10.

El valor de pH encontrado en las muestras de salsa de soya tiene una variación mayor que en los demás alimentos aunque también es pequeña. El valor mínimo fue 4.91 y el valor máximo 5.42, el valor promedio fue 5.23 con una desviación estándar de 0.20 que es pequeña.

El catálogo de normas para alimentos consultado no tiene ninguna norma registrada para salsa de soya, por lo cual no se pudo encontrar el valor de pH para este alimento, no pudiéndose comparar los valores obtenidos para las muestras de salsa de soya.

TABLA No. 9

PH DE LA MERMELADA DE FRESA

NUMERO MUESTRA	pH
1	4.95
2	4.89
3	4.69
4	4.94
5	4.95
6	4.74
7	4.96
8	4.93
9	4.98
10	5.01

MEDIA	4.90
D. EST.	0.10
SUMATORIA	49.04
V. MINIMO	4.69
V. MAXIMO	5.01
MEDIANA	4.95

TABLA No. 10

PH DE LA SALSA DE SOYA

NUMERO MUESTRA	pH
1	4.91
2	4.93
3	4.97
4	5.25
5	5.39
6	5.42
7	5.42
8	5.37
9	5.36
10	5.36

MEDIA	5.24
D. EST.	0.20
SUMATORIA	52.38
V. MINIMO	4.91
V. MAXIMO	5.42
MEDIANA	5.36

5.3.5 ACEITE DE CARTAMO

Se determinó el pH del aceite de cártamo siguiendo el procedimiento explicado en el capítulo de metodología. Las lecturas obtenidas se encuentran en la tabla 11.

El valor de pH encontrado en las muestras de aceite de cártamo varían muy poco, el valor mínimo fue 6.96 y el valor máximo fue 7.04, el valor promedio fue 6.94 con una desviación estándar de 0.06, que es muy pequeña.

La norma de aceite de cártamo no reporta un valor determinado para pH en este producto.

5.3.6 AGUA OSMOPURA

Se tomó la lectura directa del pH de cada una de las 10 muestras de agua osmopura. Las lecturas obtenidas se encuentran en la tabla 12.

El valor de pH encontrado en las muestras de agua osmopura varía más que en los demás alimentos, al igual que la salsa de soya, pero la variación es pequeña. El valor mínimo fue 7.76 y el valor máximo fue 8.42, el valor promedio fue 7.90 con una desviación estándar de 0.17 que es pequeña.

El catálogo de normas para alimentos consultado no tiene registrada la norma para agua embotellada, por lo cual no se pudo encontrar el valor de pH para este alimento, no pudiéndose comparar los valores obtenidos para las muestras de agua osmopura.

TABLA No. 11

PH DEL ACEITE DE CARTAMO

NUMERO MUESTRA	pH
1	6.96
2	7.00
3	6.94
4	6.82
5	6.92
6	7.04
7	6.85
8	6.96
9	6.98
10	7.02

MEDIA	6.95
D. EST.	0.07
SUMATORIA	69.49
V. MINIMO	6.82
V. MAXIMO	7.04
MEDIANA	6.96

TABLA No. 12

PH DEL AGUA OSMOPURA

NUMERO MUESTRA	pH
1	7.90
2	7.88
3	7.85
4	7.86
5	7.85
6	7.76
7	7.80
8	7.78
9	8.42
10	7.91

MEDIA	7.90
D. EST.	0.18
SUMATORIA	79.01
V. MINIMO	7.76
V. MAXIMO	8.42
MEDIANA	7.86

5.4 ANALISIS ESTADISTICO DE LOS RESULTADOS

5.4.1 METODO ESTADISTICO DESCRIPTIVO

El método estadístico descriptivo, se emplea para recoger, organizar, resumir y analizar datos, utilizando medidas de tendencia central como la media y la mediana y medidas de dispersión como la desviación estándar o típica.

Se calculó la media, mediana y desviación estándar tanto de los valores de concentración de monómero de cloruro de vinilo como para los valores de pH en cada uno de los 6 alimentos, los resultados se presentan en las tablas 1 a 12.

Se hizo también el cálculo de la media, mediana y desviación estándar para el conjunto total de 120 pares de datos, obteniéndose los resultados que se encuentran en la tabla 13. El valor mínimo encontrado para la concentración de monómero de cloruro de vinilo residual fue 0.0807 ppm y el valor máximo fue 26.5859 ppm, el valor promedio fue 3.7454 con una desviación estándar de 6.6499 que es mayor al 10% de la media, por lo cual se puede considerar que se trata de poblaciones diferentes. La mediana encontrada para la concentración fue 0.7409.

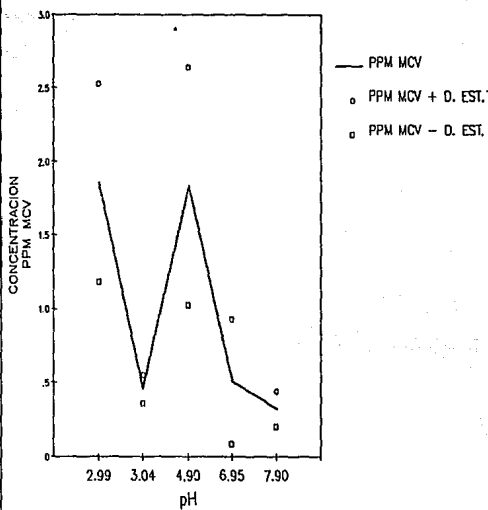
Para el pH el valor mínimo encontrado fue 2.93 y el valor máximo 8.42, el valor promedio fue 5.17 con una desviación estándar de 1.83, que es mayor al 10% de la media, por lo cual se puede considerar que se trata de poblaciones diferentes. La mediana encontrada para el pH fue 4.96.

Se realizó la gráfica 7 que muestra el valor promedio de la concentración con la desviación estándar y el pH de cada alimento estándar, con el fin de mostrar las variaciones que se encontraron en las concentraciones de monómero de cloruro de vinilo a diferentes valores de pH, los valores se encuentran en la siguiente tabla:

ALIMENTO	pH	C	C + D. EST	C - D. EST
VINAGRE	2.99	1.8572	2.5300	1.1844
CONCENTRADO DE JAMAICA	3.04	0.4569	0.5530	0.3608
MERMELADA DE FRESA	4.90	1.8331	2.6398	1.0264
ACEITE DE CARTAMO	6.95	0.5068	0.9296	0.0840
AGUA OSMOPURA	7.90	0.3205	0.4400	0.2010

GRAFICA 7

CONCENTRACION DE MCV EN RELACION CON EL PH



5.4.2 DIAGRAMA DE DISPERSION

Se realizó un diagrama de dispersión para cada uno de los 6 alimentos graficando los valores de concentración de monómero de vinilo en las abscisas y los valores de pH en las ordenadas. Se realizaron también las aproximaciones a línea recta utilizando logaritmos naturales, y se hicieron diagramas de dispersión graficando el pH contra el logaritmo natural de la concentración y el logaritmo natural del pH contra el logaritmo natural de la concentración, para cada uno de los seis alimentos. En ninguno de los casos se encontró que existiera una correlación entre la concentración de monómero de vinilo residual y el pH del alimento analizado.

También se realizaron los mismos tres diagramas de dispersión para el conjunto de 120 pares de datos. Encontrándose que no existe correlación entre la concentración de monómero de cloruro de vinilo residual y el pH de los alimentos analizados.

La tabla 13 muestra el conjunto total de 120 pares de datos con los cuales se realizó el diagrama de dispersión.

Se presentan a continuación los tres diagramas de dispersión que se realizaron para el conjunto total de datos con el fin de ejemplificar la forma en que se realizaron estos diagramas.

En los tres diagramas se puede observar que los datos no se encuentran dispersos en el diagrama, sino, agrupados en zonas específicas de pH. Muy pocos puntos caen sobre las líneas de las medianas, el valor límite de número de puntos es 5 en los tres casos. Las sumas I + III y II + IV, son mayores al valor límite, por lo cual se dice que no hay correlación entre los datos.

TABLA No. 13

DIAGRAMA DE DISPERSION

NUMERO DE DATO	pH	C
1	3.02	2.5364
2	3.02	2.4333
3	3.01	2.4069
4	3.01	2.3229
5	2.97	1.3695
6	2.97	1.3803
7	3.02	1.7830
8	3.02	1.7525
9	3.03	0.8087
10	3.03	1.7545
11	3.02	2.1112
12	3.02	1.9338
13	3.00	1.3070
14	3.00	1.4788
15	2.93	1.0951
16	2.93	1.5153
17	2.96	3.2944
18	2.96	3.3303
19	2.96	1.2844
20	2.96	1.2465
21	3.06	0.3901
22	3.06	0.4022
23	3.06	0.2851
24	3.06	0.3762
25	3.07	0.4692
26	3.07	0.4594
27	3.04	0.5336
28	3.04	0.5303
29	3.02	0.5362
30	3.02	0.5307
31	3.02	0.2365
32	3.02	0.3008
33	3.00	0.5263
34	3.00	0.5167
35	3.00	0.4781
36	3.00	0.5176
37	3.01	0.5755
38	3.01	0.5911
39	3.09	0.4345
40	3.09	0.4483

NUMERO DE DATO	pH	C
41	4.95	1.3708
42	4.95	1.4634
43	4.89	0.7345
44	4.89	0.5677
45	4.69	0.8380
46	4.69	0.4678
47	4.94	1.2430
48	4.94	1.2051
49	4.95	1.6778
50	4.95	1.9208
51	4.74	2.0926
52	4.74	2.1029
53	4.96	2.2863
54	4.96	2.1169
55	4.93	2.3751
56	4.93	2.3518
57	4.98	3.2070
58	4.98	2.8857
59	5.01	3.0470
60	5.01	2.7120
61	4.91	9.6432
62	4.91	8.6824
63	4.93	14.3014
64	4.93	17.1161
65	4.97	8.9445
66	4.97	8.9806
67	5.25	22.0138
68	5.25	20.8684
69	5.39	11.1225
70	5.39	13.5470
71	5.42	15.6903
72	5.42	15.6090
73	5.42	23.0248
74	5.42	23.0804
75	5.37	24.0500
76	5.37	24.1972
77	5.36	18.6345
78	5.36	18.0582
79	5.36	25.7990
80	5.36	26.5859

NUMERO DE DATO	pH	C
81	6.96	0.2228
82	6.96	0.2178
83	7.00	0.1449
84	7.00	0.2189
85	6.94	0.2721
86	6.94	0.2913
87	6.82	0.5163
88	6.82	0.5036
89	6.92	0.3722
90	6.92	0.4099
91	7.04	0.7473
92	7.04	0.6488
93	6.85	0.0936
94	6.85	0.0807
95	6.96	0.3435
96	6.96	0.3707
97	6.98	1.6344
98	6.98	1.6178
99	7.02	0.7149
100	7.02	0.7149
101	7.90	0.4277
102	7.90	0.4660
103	7.88	0.3648
104	7.88	0.3618
105	7.85	0.3556
106	7.85	0.3795
107	7.86	0.3953
108	7.86	0.4354
109	7.85	0.4717
110	7.85	0.4655
111	7.76	0.1549
112	7.76	0.1714
113	7.80	0.3917
114	7.80	0.4528
115	7.78	0.2025
116	7.78	0.2067
117	8.42	0.1876
118	8.42	0.1755
119	7.91	0.1706
120	7.91	0.1728

SUMATORIA	620.42	449.4448
MEDIA	5.17	3.7454
DESV. ESTANDAR	1.83	6.6499
VALOR MINIMO	2.93	0.0807
VALOR MAXIMO	8.42	26.5859
MEDIANA	4.96	0.7409

DIAGRAMA DE DISPERSION

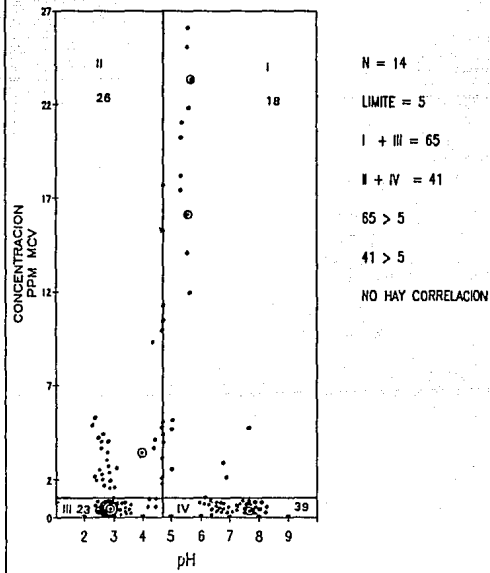


DIAGRAMA DE DISPERSION

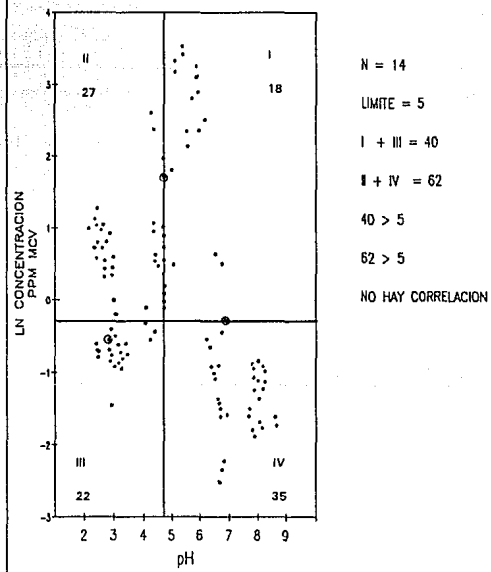
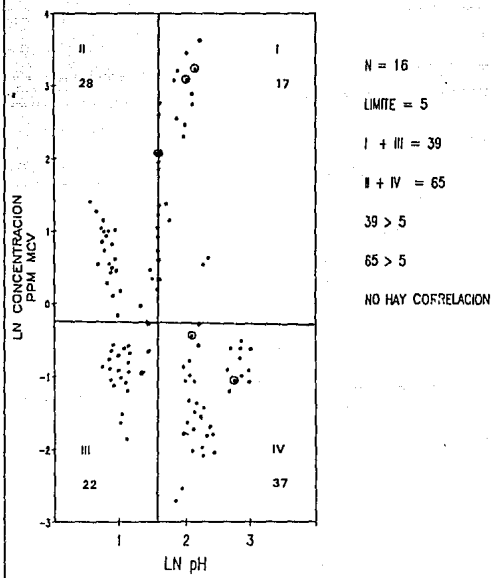


DIAGRAMA DE DISPERSION



5.4.3 CALCULO DEL COEFICIENTE DE CORRELACION Y DEL COEFICIENTE DE DETERMINACION

Se calculó el coeficiente de correlación y el coeficiente de determinación para los tres diagramas de dispersión que contenían los 120 pares de datos. Los resultados se presentan a continuación.

a) pH v.s. C_{mcvr}

$$S_{xx} = 401.6306$$

$$S_{xy} = -34.8692$$

$$S_{yy} = 5306.5253$$

$$r = -0.0238$$

$$R^2 = 0.0006$$

El coeficiente de correlación es pequeño. El modelo de regresión tiene un 0.06% de adecuación.

b) pH v.s. Ln C_{mcvr}

$$S_{xx} = 401.6306$$

$$S_{xy} = -88.2128$$

$$S_{yy} = 255.3578$$

$$r = -0.2754$$

$$R^2 = 0.0758$$

El coeficiente de correlación es pequeño. El modelo de regresión tiene un 7.58% de adecuación.

c) Ln pH v.s. Ln C_{mcvr}

$$S_{xx} = 16.5677$$

$$S_{xy} = -11.9772$$

$$S_{yy} = 255.3578$$

$$r = -0.1841$$

$$R^2 = 0.0339$$

El coeficiente de correlación es pequeño. El modelo de regresión tiene un 3.39% de adecuación.

CAPITULO 6

CONCLUSIONES

- 1) El 53% de los valores encontrados para la concentración de monómero de cloruro de vinilo en alimentos están dentro del límite permitido por las normas de la FDA para transferencia de monómero de cloruro de vinilo residual a alimentos y el 47% de los datos está fuera del límites, es decir que casi la mitad de los datos están fuera de la norma.
- 2) Los valores de pH encontrados para los alimentos está en su mayoría dentro del intervalo permitido por las normas mexicanas para alimentos, solo en la mermelada de fresa, el valor de pH encontrado está fuera del rango permitido por la norma, pero ésto se debió probablemente al método utilizado, ya que la concentración de sólidos en solución de mermelada de fresa en el método utilizado es menor que en el método que plantea la norma.
- 3) No se encontró correlación entre el pH y la concentración residual de monómero de cloruro de vinilo en alimentos, tanto en el conjunto general de datos como en el análisis independiente por cada tipo de alimento.
El coeficiente de correlación encontrado para el conjunto de datos es muy bajo, y el coeficiente de determinación indica que el modelo de regresión tiene una adecuación muy pequeña, es decir, que el conjunto de datos no se puede representar en forma de línea recta, ni aún realizando una transformación a línea recta por medio de logaritmos.

4) Las variaciones de las concentraciones de cloruro de vinilo en un mismo alimento son muy grandes, en algunos casos como la salsa de soya, que fue el alimento que presentó más variación en los valores obtenidos; en otros alimentos como el agua osmopura y el concentrado de jamaica los datos encontrados son muy semejantes entre sí.

En el conjunto general de datos, las variaciones entre los datos son muy grandes y puede decirse que se trata de poblaciones diferentes.

5) Los valores encontrados en algunos casos como el de salsa de soya son elevados, lo cual indica que el envase utilizado contenía seguramente una concentración mayor a la permitida por la norma de la FDA para monómero de cloruro de vinilo residual en botella, que es de 10 ppm. También esto pudo deberse a la forma y tamaño del envase, ya que la concentración de monómero de cloruro de vinilo residual, está en función de estas dos variables.

CAPITULO 7

RECOMENDACIONES

El envase puede ser utilizado en alimentos de cualquier pH ya que no se encontró ninguna relación entre el pH del alimento y la concentración del monómero de cloruro de vinilo residual.

Los envases de PVC utilizados en alimentos deben tener una concentración pequeña de cloruro de vinilo residual, con el fin de evitar la transferencia de éste al alimento que se empaque en ellos, para lo cual se debe tener un mejor control sobre el envase.

BIBLIOGRAFIA

- 1) Packaging Product in Plastic Containers. Manuf. Chem., 58 (7): 52-53. 1987.
- 2) Brownbill, D. 1986. New PVC's meet Changing Demands of the market. Mod. Plas. Int., 16 (2):33-35
- 3) Tecnología de los Recipientes Barrera, Avances en todos los Frentes. R. Plas. Mod., 53 (370): 521-525. 1987.
- 4) Lodge, Ch. 1987. Water Market Thirsts for More Plastic Bottles. Plas. World, 45 (11): 39-43.
- 5) Bayer, F. 1984. PVC: Five More Years on the Tightrope. Chem. Business, 16 (1): 11-13.
- 6) Travis, C. 1987. Risk and Regulation. Chemtech, 17 (8): 478-483.
- 7) Malac, J. 1985. Thermal Stability of Photo-crosslinked PVC Compounds. Int. Poly. Sci. and Tech., 12 (2): 75-78.
- 8) The Bureau of National Affairs, Inc. (Editor) 1976. Exposure to Vinyl Chloride. Occupation Safety & Health Reporter. Washington, D.C. p. 335-338.
- 9) The Bureau of National Affairs, Inc. (Editor) 1977. Determination of Vinyl Chloride from Stationary Sources. Occupation Safety & Health Reporter. Washington, D.C. p. 408-412.

- 10) Reglamento para el Manejo, Transporte y Almacenamiento del Cloruro de Vinilo. Norma D III-2. Cap. 1 y 7. 1968.
- 11) Vinyl Chloride Monomer. Handling and Properties. PPG Industries Inc. 1977
- 12) Fudakowski, W. 1985. PVC Compounds for Bottle Blowing. *Plastics Compounding*, 10: 56-60.
- 13) De la Cruz, P. 1988. PVC: Packaging Issues and Regulations. *Journal of Vinyl Technology*, 10 (3): 117-120.
- 14) Daniels, G. 1975. VCM Extraction from PVC Bottles. *Modern Packaging*, 4: 43-48.
- 15) Hachenberg, H. 1979. Gas Chromatography Headspace Analysis. Heyden & Son Ltd. London.
- 16) Kolb, B. 1980. Applied Headspace Gas Chromatography Heyden & Son Ltd. London.
- 17) Nass, L.I. 1984. Encyclopedia of PVC. Marcel Dekker Inc. New York.
- 18) Whitney, R. A. 1980. Procedimiento No. 1005-F. Determinación de Cloruro de Vinilo en Resinas, Látex, Slurry y Muestras de Agua. Polycyd, S.A.
- 19) ASTM. D4443-84. 1985. Analysis for Determining Residual Vinyl Chloride Monomer Content in PPB Range in Vinyl Chloride Homo- and Co-polymers by Headspace Gas Chromatography. Washington.

- 20) Dennison, J.L. 1978. Headspace Sampling and Gas-solid Chromatographic Determination and Confirmation of ≥ 1 PPB Vinyl Chloride Residues in Polyvinyl Chloride Food Packaging. Association of Official Analytical Chemist, Inc. 61 (4): 813-819.
- 22) NOM F-122, 1968. Vinagre envasado para consumo público.
- 23) NOM F- 131, 1982. Alimentos para humanos - Frutas y derivados - Mermelada de fresa.
- 24) NOM F-161, 1985. Alimentos - Aceite comestible puro de cártamo.
- 25) NOM F-169, 1984. Alimentos - Jarabes.
- 26) NOM F-317, 1978. Determinación de pH en alimentos.
- 27) Code of Federal Regulations 21, Food and Drugs. Washington U.S. Government Printing Office, 1989.
- 28) Spiegel, M. 1991. Estadística. McGraw Hill. España.
- 29) Pearson, D. 1976. Técnicas de Laboratorio para el Análisis de Alimentos. Ed. Acribia. Zaragoza.
- 30) Calvo, C. 1984. Manual de Técnicas de Laboratorio para el Análisis de Alimentos. I.N.N.S.Z. México.