

## Annex B. Mètodes analítics

### Sumari

<b>B.1. INTRODUCCIÓ</b>	<b>25</b>
<b>B.2. MÈTODES ANALÍTICS</b>	<b>27</b>
B.2.1. Cuir. Assajos químics, físics, mecànics i de solidesa. Localització de la zona de presa de mostres (ISO 2418:2002)	27
B.2.1.1. Localització i selecció de les mostres	28
B.2.1.2. Emmagatzematge i identificació de les postres	28
B.2.2. Cuir. Preparació de mostres per a assajos químics (ISO 4044:1977)	29
B.2.2.1. Preparació i conservació de les mostres	29
B.2.3. Cuir. Determinació de matèries solubles en diclorometà (ISO 4048:1977)	29
B.2.3.1. Reactius i aparells	30
B.2.3.2. Procediment operatiu	31
B.2.3.3. Expressió dels resultats	31
<b>B.3. BIBLIOGRAFIA</b>	<b>33</b>
B.3.1. Referències bibliogràfiques	33





## B.1. Introducció

En la realització de la part experimental del projecte, s'han preparat diverses mostres de pell que han estat desgreixades en l'extractor de la planta pilot. Per tal de seguir una normativa internacional, reproduïble per a d'altres investigadors, s'han aplicat les normes ISO 2418:2002 [1] i ISO 4044:1977 [2], que determinen com localitzar les millors zones de presa de mostres de la pell d'un animal i com preparar i posar a punt aquestes mostres per a ser experimentades, respectivament.

Per la mateixa raó de la reproductibilitat i per a seguir un mateix criteri per a tots els experiments realitzats, s'ha buscat també un mètode analític de determinació del rendiment d'extracció de la planta pilot. La ISO 4048:1977 [3] especifica un mètode de determinació de les matèries solubles en diclorometà contingudes en un cuir. Aplicant aquesta norma internacional per a la mateixa mostra de pell, una vegada abans de ser desgreixada i una altra vegada després, s'ha calculat per diferència la quantitat de greix extret en la planta pilot i, per tant, el seu rendiment d'extracció.

L'annex B recull els mètodes analítics utilitzats al llarg de la realització de la part experimental del projecte, que corresponen a les tres normes internacionals citades.





## B.2. Mètodes analítics

Els mètodes analítics utilitzats al llarg del projecte han estat tres normes ISO:

- Norma ISO 2418:2002, titulada *Cuir. Assajos químics, físics, mecànics i de solidesa. Localització de la zona de presa de mostres* [1].
- Norma ISO 4044:1977, titulada *Cuir. Preparació de mostres per a assajos químics* [2].
- Norma ISO 4048:1977, titulada *Cuir. Determinació de matèries solubles en diclorometà* [3].

Les tres normes, que s'han dut a terme en la part experimental del projecte, han permès determinar i avaluar els resultats obtinguts en els experiments realitzats en la planta pilot de desgreixatge amb diòxid de carboni.

La primera de les normes (ISO 2418:2002) ha servit per a localitzar la millor zona de la pell de l'animal per a prendre'n una mostra per a realitzar un experiment. La segona (ISO 4044:1977) ha servit per a preparar la mostra, és a dir, donar-li la forma i mida adequades. Finalment, la tercera norma (ISO 4048:1977) ha servit per a determinar el contingut de greix de la mostra de pell. Determinant el contingut inicial de greix d'una mostra (abans de ser experimentada en planta pilot) i el contingut final (després de ser desgreixada), s'ha calculat per diferència la quantitat de greix que s'ha extret i, per tant, el rendiment d'extracció.

### **B.2.1. Cuir. Assajos químics, físics, mecànics i de solidesa. Localització de la zona de presa de mostres (ISO 2418:2002)**

Aquesta norma internacional especifica la localització d'una mostra de laboratori en un tros de cuir i el mètode d'etiquetatge i marcatge de les mostres de laboratori per a la seva futura identificació.

És aplicable a tots els tipus de cuir procedents de mamífers, sigui quin sigui l'adobatge que se'ls hagi realitzat. No és aplicable als cuirs procedents d'aus, peixos o rèptils.



### B.2.1.1. Localització i selecció de les mostres

Les zones seleccionades per a obtenir mostres de laboratori han d'estar lliures de defectes visibles, com ara esgarrapades o talls.

Per a la realització d'assajos químics, com la determinació de matèries solubles del cuir en diclorometà (ISO 4048:1977), la norma estableix que la zona de presa de mostres depèn de la forma en la qual s'obté la pell.

En el cas de pells senceres, que és tal com s'han rebut les pells al laboratori, es pren una zona de la pell que correspongui a l'esquena de l'animal, propera a l'espina i allunyada tant del coll com de la cua de l'animal. En la figura B.1 s'observa una il·lustració de la localització de la zona de presa de mostres de la pell d'un animal.

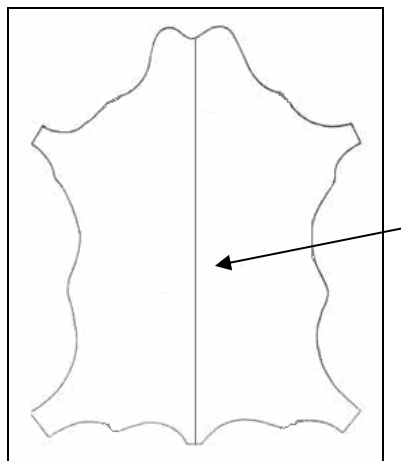


Fig. B.1 – Zona de presa de mostres

### B.2.1.2. Emmagatzematge i identificació de les postres

Les mostres de laboratori s'han d'emmagatzemar de forma que s'eviti la contaminació i els efectes de la calor localitzada.

Per a identificar les mostres, se les marca amb un número de referència, la data del mostreig, el número i la data d'aquesta norma internacional (ISO 2418:2002) i qualsevol desviació del procediment de mostreig especificat en aquesta norma internacional. També és convenient marcar la direcció de l'espina mitjançant una fletxa que senyali el cap de l'animal.



## **B.2.2. Cuir. Preparació de mostres per a assajos químics (ISO 4044:1977)**

Aquesta normal internacional especifica un mètode de preparació de mostres per a assajos químics destinats a l'anàlisi químic del cuir.

És aplicable a tots els tipus de cuir, sigui quin sigui l'adobatge que se'ls hagi realitzat.

### **B.2.2.1. Preparació i conservació de les mostres**

Tot i que en molts casos es realitza un desfibrat de les mostres de cuir en un molí de fulles afilades, la norma contempla que el simple trossejat del cuir en fragments molt petits pot ser suficient en alguns assajos.

Per a preparar les mostres del projecte, s'ha pres aquesta última consideració de la norma com a vàlida, ja que no s'ha pogut disposar d'un molí de fulles afilades.

Per a conservar les mostres, es col·loquen en un recipient net, sec i hermètic. Els recipients, a més, han de mantenir-se allunyats d'una font de calor directa.

## **B.2.3. Cuir. Determinació de matèries solubles en diclorometà (ISO 4048:1977)**

Aquesta norma internacional especifica un mètode de determinació de les matèries solubles en diclorometà contingudes en un cuir.

És aplicable a tots els tipus de cuir.

Per a l'aplicació d'aquesta norma, cal tenir present que no existeix cap dissolvent orgànic capaç d'extreure del cuir tots els greixos i matèries anàlogues, ja que aquests poden ser parcialment solubles i estar en part combinats amb el cuir. El dissolvent pot extreure, a més, matèries no grasses (per exemple, sofre i productes d'impregnació). De totes maneres, s'han menystingut les consideracions anteriors a l'hora d'analitzar els resultats obtinguts mitjançant l'aplicació d'aquesta norma, que s'han pres com a correctes.



### B.2.3.1. Reactius i aparells

En l'anàlisi únicament s'ha utilitzat un reactiu de qualitat analítica reconeguda:

- Diclorometà, amb punt d'ebullició de 38 a 40 °C, recent destil·lat i conservat en un recipient topazi sobre òxid de calci. El diclorometà és un producte tòxic que cal utilitzar amb precaució. En aquest anàlisi, el diclorometà pot ser recuperat i utilitzat de nou, després de ser destil·lat.

A més d'utilitzar-se material corrent de laboratori, també s'han fet servir els aparells següents:

- Estufa, regulable a  $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- Cartutxos de paper de filtre, de fabricació i dimensions apropiades.
- Extractor Soxhlet, com el que s'observa en la figura B.2:

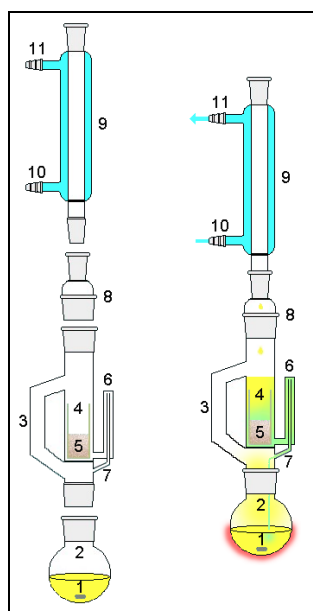


Fig. B.2 – Extractor Soxhlet [4]

on:	1 Diclorometà	2 Baló d'extracció	3 Via de destil·lació
	4 Didal Soxhlet	5 Cartutx d'extracció	6 Braç d'entrada del sifó
	7 Braç de sortida del sifó	8 Adaptador	9 Condensador
	10 Entrada de l'aigua de refrigeració		11 Sortida de l'aigua de refrigeració





### B.2.3.2. Procediment operatiu

Es prepara la mostra tal com s'especifica en la norma ISO 4044:1977. Es pesen 0,01 kg aproximadament de mostra preparada i es pressiona uniformement dins del cartutx d'extracció. Es cobreix el cuir amb una fina capa de cotó, prèviament extret amb diclorometà.

S'asseca el matràs d'extracció amb dues boles de vidre, escalfat durant 30 minuts a una temperatura de  $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Es pesa després de refredar-se en un dessecador.

Es procedeix a l'extracció, en continu, amb diclorometà; després d'un mínim de 30 passades del dissolvent, es destil·la el diclorometà del matràs que conté l'extracte. S'asseca l'extracte en l'estufa, mantinguda a  $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , durant quatre hores (si s'observen gotes d'aigua abans de l'assecat, s'afegeixen d'1 a 2 ml d'etanol). Després es deixa refredar en un dessecador durant 30 minuts i es pesa.

Es repeteixen les operacions d'assecat, refredament i pesada, com a mínim 3 vegades, amb una duració d'assecat d'una hora cada vegada, fins que en dues pesades consecutives no es produeixi una pèrdua de massa superior a  $1 \cdot 10^{-5}$  kg o fins a una duració total d'assecat de 8 hores.

### B.2.3.3. Expressió dels resultats

El contingut en matèries extraïbles amb diclorometà, expressat en percentatge de massa inicial, ve donat per l'equació (Eq. B.1):

$$C = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100 \quad (\text{Eq. B.1})$$

on: C = contingut de matèries extraïbles amb diclorometà [%]

$m_1$  = massa de l'extracte [kg]

$m_0$  = massa de la porció assajada [kg]

Els resultats de dues determinacions efectuades pel mateix operador, en el mateix laboratori, no poden diferir en més del 0,2%, calculat a partir de la massa inicial de cuir que constitueix la porció d'assaig. Així mateix, els resultats de dues determinacions efectuades per diferents operadors, en laboratoris diferents sobre la mateixa mostra, no poden diferir en més del 0,5%, calculat a partir de la massa inicial de cuir que constitueix la porció d'assaig.





## B.3. Bibliografia

### B.3.1. Referències bibliogràfiques

- [1] AENOR, Asociación Española de Normalización y Certificación. UNE-EN ISO 2418:2002. *Cuero. Ensayos químicos, físicos, mecánicos y de solidez. Localización de la zona de toma de muestras*. Madrid, 2003.
- [2] AENOR, Asociación Española de Normalización y Certificación. UNE-EN ISO 4044:1977. *Cuero. Preparación de muestras para ensayos químicos*. Madrid, 1999.
- [3] AENOR, Asociación Española de Normalización y Certificación. UNE-EN ISO 4048:1977. *Cuero. Determinación de materias solubles en diclorometano*. Madrid, 1999.
- [4] WIKIPEDIA. The free encyclopedia.  
[[http://en.wikipedia.org/wiki/Image:Soxhlet\\_extractor.png](http://en.wikipedia.org/wiki/Image:Soxhlet_extractor.png), 4 de setembre de 2006].



