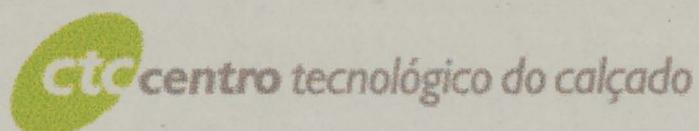


## Relatório de Estágio

**Estagiário: Maria Salomé Gomes Clara**  
**Orientador no CTC: Dr<sup>a</sup> Maria José Pinto Ferreira de Sousa**  
**Orientador na FEUP: Eng<sup>a</sup> Cidália Maria Sousa Botelho**  
**São João da Madeira**  
**Julho de 2001**

66(047.3)  
LEQ 2000  
CLAm



## Relatório de Estágio

**Estagiário: Maria Salomé Gomes Clara**  
**Orientador no CTC: Dr<sup>a</sup> Maria José Pinto Ferreira de Sousa**  
**Orientador na FEUP: Eng<sup>a</sup> Cidália Maria Sousa Botelho**  
**São João da Madeira**  
**Julho de 2001**



UNIÃO EUROPEIA  
Fundo Social Europeu



Mais Educação

66 (647.3) / LEQ 2000 / CLAM

Universidade do Porto	
Faculdade de Engenharia	
Biblioteca	
Nº	88315
CDU	
Data	23 / 04 / 2007

## **Agradecimentos**

À Dr.<sup>a</sup> Lúcia Santos e à Dr.<sup>a</sup> Maria José Sousa, pela oportunidade que me proporcionaram; este estágio constituiu o meu primeiro contacto com o mundo do trabalho.

À Dr.<sup>a</sup> Ana Maia pela disponibilidade e pela amizade.

Finalmente, a todos os funcionários do CTC.

## **SUMÁRIO**

O objectivo inicial deste estágio era a implementação dum método analítico, baseado no manual de N.I.O.S.H., para a determinação de compostos orgânicos voláteis na indústria do calçado, nomeadamente nas atmosferas fabris. No entanto, devido a vários problemas técnicos nos cromatógrafos e a carências nas instalações, este objectivo não foi concretizado.

Assim, o trabalho na área da cromatografia limitou-se ao estudo e implementação dum novo software instalado num dos cromatógrafos, e também a algumas análises de colas e produtos de acabamento.

Alem disso, como foi necessária a minha colaboração noutra área de trabalho laboratorial, tive a oportunidade de realizar vários ensaios químicos de controle de qualidade de matérias-primas, produtos intermédios e produtos acabados da indústria do calçado. Estes ensaios foram: determinação do teor de crómio(VI), de matéria volátil, de substâncias solúveis em diclorometano, óxido de crómio, de cargas e de pH no couro; análise por espectrofotometria de infravermelho de diversos materiais e produtos intermédios da indústria do calçado.

## ÍNDICE

	página
Apresentação do Centro Tecnológico do Calçado	1
O laboratório	3
Princípios básicos da tecnologia usada	5
Cromatografia gasosa	5
Espectroscopia	6
Trabalho experimental	8

## **PARTE I – INTRODUÇÃO**

### **1. Apresentação do Centro Tecnológico do Calçado**

#### **1.1. Constituição e Objectivos**

O CTC foi fundado em 1986, sendo seus sócios fundadores a Associação dos Industriais do Calçado, Componentes, Artigos de Pele e seus Sucedâneos (APICCAPS), o IAPMEI e o INETI.

O CTC foi criado no âmbito do Decreto - Lei nº 249/ 86 de 25 de Agosto, alterado pelo Decreto - Lei de 24 de Novembro, que regulamenta a actividade dos Centros Tecnológicos, com os seguintes objectivos genéricos:

- apoiar técnica e tecnologicamente as empresas do sector do calçado e sectores afins ou complementares,
- promover a formação técnica e tecnológica dos meios humanos das empresas,
- promover a melhoria da qualidade dos produtos e processos industriais,
- preparar e divulgar informação técnica junto da indústria,
- realizar e dinamizar trabalhos de investigação, desenvolvimento e demonstração.

#### **1.2. Instalações**

O CTC dispõe actualmente de amplas e modernas instalações nos 2 principais pólos industriais de calçado.

A sede do CTC, em S. João da Madeira, ocupa uma área de cerca de 1770 m<sup>2</sup>, incluindo:

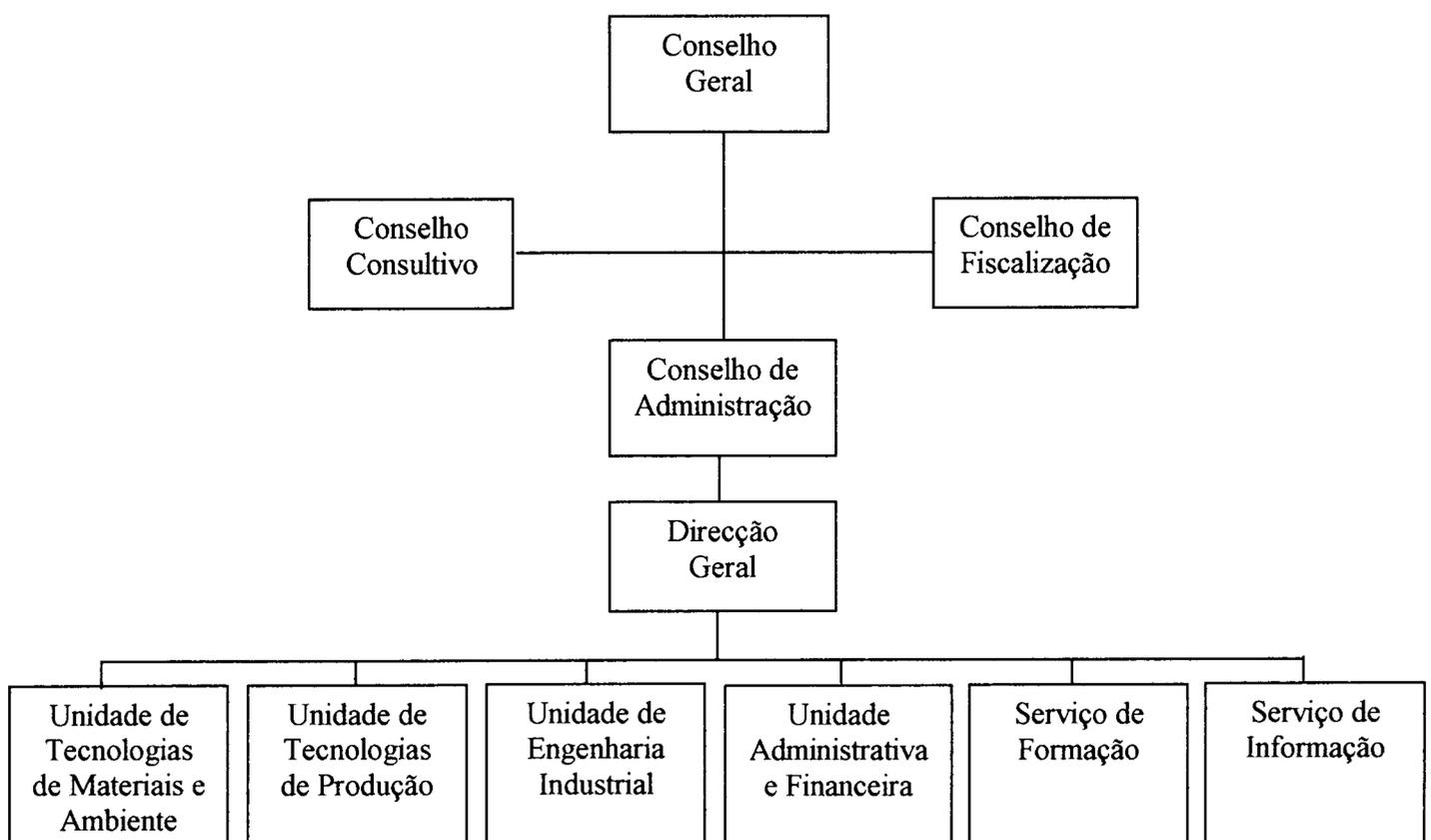
- laboratório e gabinetes de apoio,
- centro de CAD / CAE / CAM,
- sistema de gestão da produção,
- sistema de estilismo,
- centro de produção de audiovisuais,
- salas de formação (3),
- auditório (200 pessoas),
- biblioteca,
- gabinetes e áreas administrativas

A delegação de Felgueiras ocupa uma área de 1000 m<sup>2</sup>, que inclui:

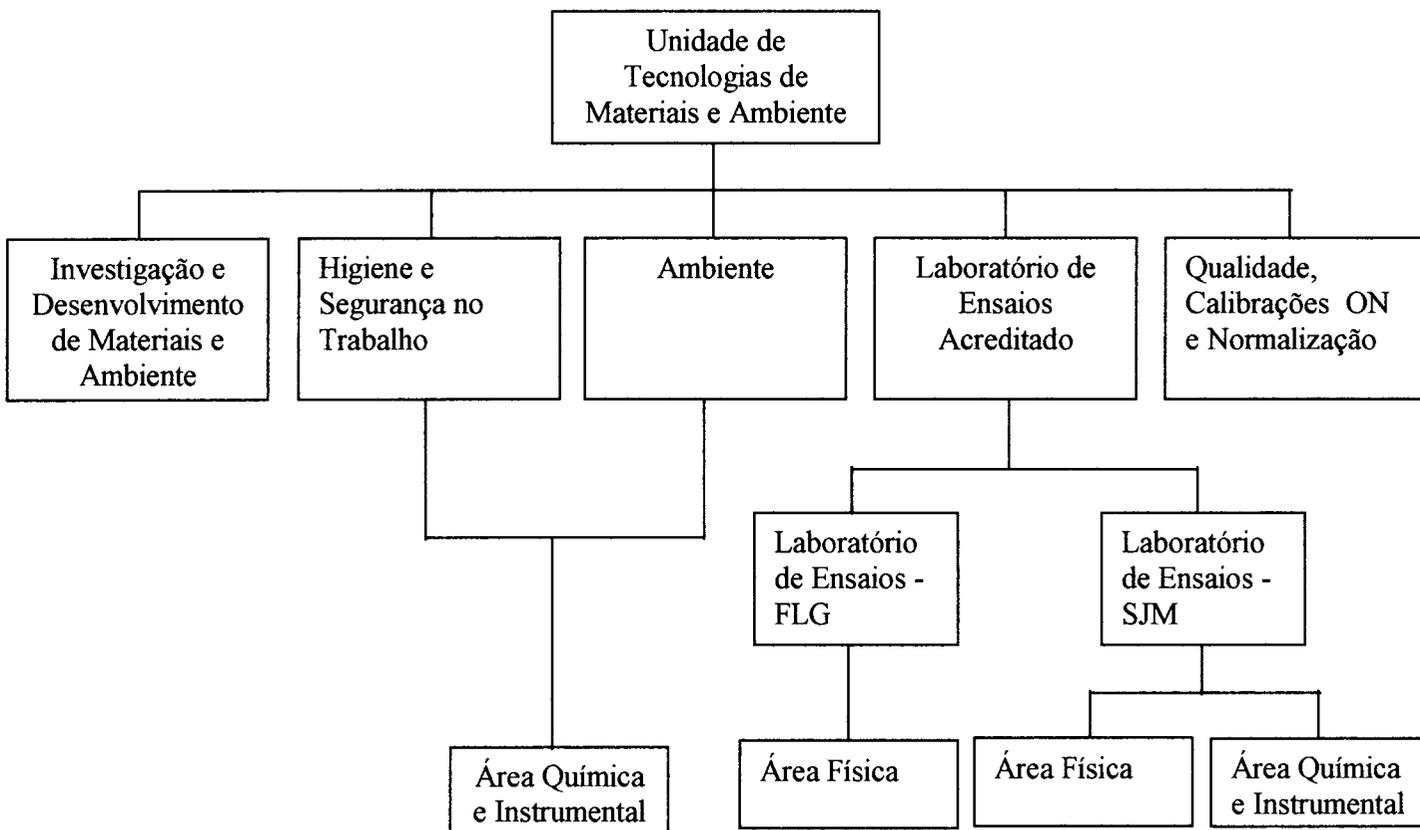
- laboratório e gabinetes de apoio,
- centro de CAD/ CAE/ CAM,
- biblioteca,
- salas de formação,
- auditório (120 pessoas),
- gabinetes e áreas administrativas.

### 1.3. Estrutura e Organigramas

O CTC estrutura-se, de acordo com os seus Estatutos, publicados nos Diários da República n° 285 II Série, de 12 de Dezembro de 1986 e n° 158 III Série, de 9 de Julho de 1999, com o organigrama que se apresenta na figura que se segue.



O laboratório de ensaios está inserido na Unidade de Tecnologias de Materiais e Ambiente de acordo com o seguinte organograma:



#### 1.4. O laboratório

O laboratório do CTC está acreditado pelo IPQ no domínio do calçado, estando ainda credenciado como organismo de verificações metroológicas. Aqui realizam-se diversos ensaios físico-mecânicos e químicos para controlar a qualidade de matérias primas, produtos intermédios e produtos acabados. Efectuam-se também ensaios de medição de peles, de verificação metroológica de Planímetros e de máquinas planimétricas.

Os ensaios físico-mecânicos realizados mais frequentemente são:

- Ensaios de tracção e compressão
- Resistência à flexão
- Resistência à fricção
- Resistência à abrasão
- Absorção de água

- Solidez do acabamento face à fricção
- Condutividade eléctrica

Os ensaios químicos efectuados destinam-se a determinar:

- Teor de solúveis em diclorometano e acetona
- Teor de crómio total ( $\text{Cr}_2 \text{O}_3$ )
- Crómio (VI)
- Pentaclorofenol por espectoscopia de massa
- Aminas
- Formaldeído
- Resistência das peças metálicas à acção do cloreto de sódio e de sulfuretos
- São ainda efectuados outros ensaios destinados a determinar algumas características químicas da pele, nomeadamente a determinação de matéria volátil, solúveis em água, o pH e cinzas sulfatadas.

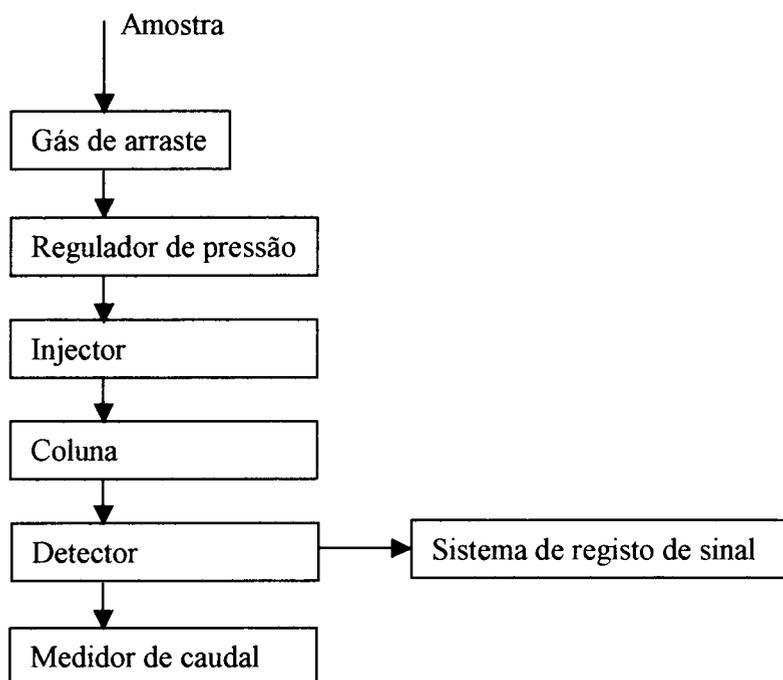
## 2. PRINCÍPIOS BÁSICOS DA TECNOLOGIA UTILIZADA

### 2.1. Cromatografia gasosa

A cromatografia gasosa (GC) é uma técnica muito eficiente de separação de substâncias voláteis, cuja utilidade é acrescida pelas informações qualitativas e quantitativas que um cromatograma oferece.

Todos os métodos cromatográficos têm em comum o uso de duas fases: uma estacionária e outra móvel, através das quais se vão distribuindo os vários componentes a analisar. A cromatografia em fase gasosa é um processo que permite separar uma mistura (gasosa ou devidamente vaporizada) em seus constituintes, fazendo passar uma fase móvel gasosa por uma fase estacionária. Em virtude do retardamento selectivo exercido pela fase estacionária, os componentes da mistura a separar movimentam-se a diferentes velocidades efectivas e a migração diferencial tende a segregar os componentes em zonas ou bandas separadas.

A figura seguinte representa esquematicamente os componentes essenciais dum cromatógrafo gás-líquido.



Geralmente, azoto, hélio ou hidrogénio comprimidos em cilindros são utilizados como gás de arraste. As condições do fluxo de gás à entrada de um sistema de introdução de amostra (injector) são controladas por reguladores de pressão e válvulas de medição. A coluna é ligada ao sistema de injeção onde a amostra é introduzida por meio de uma seringa, manual ou automaticamente. A outra extremidade da coluna é ligada a um sistema de detecção contínua do efluente – detector. Este deve ser insensível ao gás de arraste, mas responder aos componentes eluídos da coluna. O registo da resposta do detector em função do tempo constitui o cromatograma.

## 2.2. Espectroscopia

As propriedades espectrais são usadas para determinar a estrutura de moléculas e iões. São especialmente importantes as espectroscopias do tipo ultravioleta (uv), infravermelho (iv), ressonância magnética nuclear (rmn), e de massa.

Os vários tipos de energia molecular são quantificados. A molécula pode ser elevada do seu estado de menor energia (estado fundamental) para um estado de maior energia (estado excitado) por um fóton de radiação electromagnética com o comprimento de onda correcto.

Na espectroscopia ultravioleta, os comprimentos de onda ( $\lambda$ ) são expressos em nanómetros; com infravermelhos, usam-se micrometros. As frequências são usualmente especificadas pelo número de ondas, em que  $\nu=1/\lambda$  ( $\text{cm}^{-1}$ ).

Num espectrofotómetro típico, um composto dissolvido é exposto à radiação electromagnética com variação contínua do comprimento de onda. A radiação que passa ou é absorvida pelo composto é registada num gráfico, em função do comprimento de onda ou do número de onda. Os picos de absorção são registados como mínimos no infravermelho e usualmente como máximos na espectroscopia ultravioleta.

Para um dado comprimento de onda, a absorção segue uma lei do tipo:  $A=\epsilon \cdot C \cdot l$ , em que  $A$  = absorvância= $-\log_{10}$  (fracção da radiação incidente transmitida)

$\epsilon$  = coeficiente de extinção molecular,  $\text{dm}^2/\text{mol}$

$C$  = concentração da solução,  $\text{mol}/\text{dm}^3$

$l$  = distância percorrida pela radiação dentro da solução,  $\text{dm}$ .

O comprimento de onda de um máximo de absorção,  $\lambda_{\text{máx}}$ , e o correspondente  $\epsilon_{\text{máx}}$  são propriedades que identificam um composto.

Nas regiões do ultravioleta e do visível, a luz causa a excitação de um electrão de baixa energia para um de alta energia. A radiação infravermelha causa a excitação dos estados quantificados de vibração molecular.

Numa molécula, cada ligação como O-H e cada grupo de três ou mais átomos, como  $\text{NH}_2$  e  $\text{CH}_3$ , absorvem radiação iv em determinadas frequências para produzir estados vibracionais quânticos excitados de estiramento e deformação de ângulo. Apenas as vibrações que causam variação do momento de dipolo produzem bandas de absorção. Embora uma absorção seja afectada apenas ligeiramente pelo ambiente molecular da ligação ou grupo, é possível determinar a partir de pequenas variações nas frequências das bandas factores tais como o tamanho de um anel contendo o grupo C=O ou se C=O é parte de uma cetona, COCl ou COOH. Uma banda observada num comprimento de onda específico prova a identidade de uma ligação em particular ou de um grupo de ligações duma molécula. Por outro lado, a ausência de uma certa banda no espectro usualmente elimina a possibilidade da presença da ligação que a produziria.

Os componentes básicos dos instrumentos analíticos dos vários tipos de espectroscopia são semelhantes em funcionamento e em requisitos independentemente de serem destinados a usar com radiação ultravioleta, visível ou infravermelha. Devido a estas semelhanças, estes instrumentos são frequentemente designados por instrumentos ópticos mesmo sendo aplicados em zonas do espectro às quais o olho é insensível.

A maioria dos instrumentos são compostos por cinco componentes: uma fonte estável de radiação, um selector de comprimentos de onda que permita o isolamento duma determinada região (monocromador), um ou mais contentores de amostras, um detector, ou trasductor, que converta a radiação num sinal mensurável (geralmente eléctrico), e um processador e leitor de sinal.

As células, janelas, lentes, e os elementos dispersivos de comprimentos de onda num espectrofotómetro ou fotómetro comum devem ser transparentes na região do comprimento de onda utilizado para a análise.

## PARTE II - TRABALHO EXPERIMENTAL

### Procedimentos experimentais

A parte experimental deste trabalho consistiu em diversas análises de diferentes materiais, recorrendo a ensaios de química clássica e química instrumental.

Os aparelhos utilizados na parte instrumental foram: Cromatógrafo gasoso AutoSystem – Perkin Elmer, Espectrofotómetro UV/ VIS Lambda 2 – Perkin Elmer, Espectrofotómetro 1600 Series FTIR.

### Determinação do teor de Crómio (VI) no couro

Este método destina-se à determinação de crómio (VI) em soluções extraídas do couro, em condições definidas. O Cr (VI) em solução oxida 1,5-difenilcarbazida a 1,5-difenilcarbazona, resultando um complexo corado (vermelho/violeta) que pode ser quantificado fotometricamente a  $\lambda=540$  nm. O teor de Cr (VI), em mg / kg de matéria seca, é a quantidade de Cr (VI) existente no couro determinada após a extração com solução aquosa de um sal a pH = 7,5-8.

### REAGENTES

- Água destilada
- $K_2Cr_2O_7$ , seco durante  $16 \pm 2$ h, a  $102 \pm 2^\circ$  C.
- Solução de extração (1): 22,8 g de  $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$  dissolvidos em 1 l de água, com pH =  $8,0 \pm 0,1$  ajustado com ácido fosfórico.
- Solução de difenilcarbazida (DFC) (2): 1,0 g de 1,5-difenilcarbazida dissolvido em 100 ml de acetona e acidificada com uma gota de ácido acético glacial. Esta solução deverá ser guardada numa garrafa de vidro escuro e manter-se-á estável durante 14 dias, a  $4^\circ$  C.
- Solução de ácido fosfórico (3): 700 ml de ácido o-fosfórico e água até perfazer 1 l.
- Solução de reserva de Cr (VI) (4): 2,829 g de  $K_2Cr_2O_7$  dissolvidos em água destilada num balão volumétrico de 1 l.
- Solução padrão de Cr (VI) (5): pipetar 1 ml da solução anterior para um balão volumétrico de 1l e adicionar água até ao limite.

- Azoto ou árgon, isento de oxigénio.

## PROCEDIMENTO

- Amostragem e preparação das amostras: ver anexo
- Preparação das soluções analíticas: pese  $2 \pm 0,01$  g de couro moído. Pipete 100 ml da solução 1 para um matrás de 250 ml e adicione o couro. Areje a solução durante 5 min, usando árgon ou azoto ( $50 \pm 10$  ml / min).

O couro em pó é extraído por agitação num agitador mecânico durante 3 h (deve-se programar a intensidade do movimento do aparelho de maneira a que os movimentos sejam circulares e suaves, evitando que o pó adira às paredes do matrás). No final, verifique o pH da solução. Este deverá estar entre 7,5 e 8. Imediatamente após a extracção a solução deve ser filtrada para um balão de 100 ml.

- Determinação do Crómio na solução obtida: Pipetar 10 ml da solução obtida para um balão de 50 ml e diluir até  $\frac{3}{4}$  do volume do balão com água destilada. Adicionar 1 ml da solução de difenilcarbazida e 1 ml da solução de ácido fosfórico, agitar e completar com água destilada. Deixar em repouso durante 15 min.

Medir o coeficiente de extinção da solução no espectrofotómetro UV/ VIS ao  $\lambda = 540$  nm numa cuba de quartzo com passo óptico de 2 cm, usando como referência a solução de branco (encher  $\frac{3}{4}$  de um balão de 50 ml com água destilada, adicionar 1ml da solução de difenilcarbazida e 1ml da solução ácido fosfórico, agitar e completar com água). O coeficiente obtido é registado como E1.

Pipetar 10 ml da solução para um balão de 50 ml e trate-a como se descreve acima sem adicionar a solução de difenilcarbazida. O coeficiente de extinção desta solução é registado como E2.

## RESULTADOS

- Cálculo do teor de Cr (VI)

$$C_{CR}=(E_1-E_2)*D*10/(A*M*F)$$

$C_{CR}$ - Cr(VI) solúvel no couro em mg/kg, baseado em matéria seca.

$E_1$ - Coeficiente de extinção

$E_2$ - Coeficiente de extinção da solução sem DFC

F – gradiente da curva de calibração

A – Aliquota retirada da solução

M – Massa inicial de couro

D – Factor de conversão de matéria seca =  $100 / (100 - W)$

W – Matéria volátil (%) – ver determinação de matéria volátil

### **Determinação do Óxido de Crómio no couro**

Este método aplica-se a todos os tipos de couro, e apresenta dois procedimentos alternativos para a obtenção, a partir das cinzas do couro, de crómio em solução: oxidação com ácido perclórico ou fusão alcalina.

Há, como complemento, o método de oxidação por via húmida.

A oxidação das cinzas do couro pelo ácido perclórico, ou pela fusão alcalina, é seguida pela titulação iodométrica do crómio.

#### **a) Método do ácido perclórico**

#### **REAGENTES**

- Ácido Sulfúrico concentrado, 98% (m/m)
- Ácido Perclórico, 60% a 70% (m/m)
- Ácido o-fosfórico a 90% (m/m)
- Solução de iodeto de potássio, preparada recentemente (100 g / l)
- Tiosulfato de sódio 0,1 M
- Solução indicadora de amido (10 g / l) ou amido solúvel em pó

#### **PROCEDIMENTO**

- Amostragem e preparação das amostras - ver anexo
- Pesar rigorosamente para um cadinho 2 g de couro moído e carbonizar no bico de Bunsen sob chama fraca antes de calcinar numa mufla a 700° C, durante 2 horas. Transferir as cinzas para um matrás de 250 ml e adicionar 15 ml da mistura de ácido sulfúrico com ácido perclórico (1:2). Aquecer até ebulição. Após uma mudança total de cor, aquecer suavemente durante mais 2 min. Depois de arrefecer, diluir até 200 ml com água destilada.

Para eliminar o cloro formado, ferver durante 10 min.

Depois de novo arrefecimento, adicionar 15 ml de ácido o-fosfórico e 20 ml de iodeto de potássio e deixar em repouso no escuro, durante 10 min.

Titular com tiosulfato de sódio 0,1 M até que a solução se torne verde, adicionando a solução indicadora perto do ponto final.

#### **b) Método da fusão alcalina**

##### REAGENTES

- Mistura de fusão
- Ácido clorídrico concentrado, 36% (m/m)
- Solução de Iodeto de potássio, recentemente preparada (100 g / l)
- Solução padrão de tiosulfato de sódio 0,1 M
- Solução indicadora de amido (10g / l) ou amido solúvel em pó

##### PROCEDIMENTO

- Calcinar o couro e colocar no cadinho uma massa apropriada de cinzas. Adicionar 5 g da mistura de fusão e misturar bem. Inicialmente, aquecer suavemente no bico de Bunsen, e depois mais intensamente durante 30 min. Após arrefecimento, colocar o cadinho num gobelé contendo 100-150 ml de água fervente e aquecer a mistura até dissolução. Filtrar para um matrás e recolher também a água de lavagem do cadinho, do gobelé e do filtro. Neutralizar com ácido clorídrico e adicionar um excesso de ácido. Arrefecer à temperatura ambiente e adicionar 20 ml da solução de iodeto de potássio. Guardar o matrás fechado e no escuro. Titular com tiosulfato de sódio, adicionando solução indicadora de amido perto do ponto final.

##### RESULTADOS

- $\%Cr_2O_3 \text{ (m/m)} = (V_1 * 0.00253 * 100) / M_0$   
 $V_1$ - Volume inicial de tiosulfato de sódio 0,1 M usado na titulação  
 $M_0$ - Massa inicial de couro

#### **Determinação do pH e do índice da diferença de um extracto aquoso**

Este método é aplicável a todos os tipos de couro em todos os estados do processo.

O índice da diferença define-se como a diferença entre o valor de pH do extracto aquoso obtido por este método e o valor de pH de uma diluição a 10% deste extracto.

Nos casos em que o valor do pH é inferior a 4 ou superior a 10, o valor de uma diluição do extracto decantado é também determinado.

Tanto o valor do pH como o do índice da diferença são importantes quando se deve decidir se um couro contém quantidades perigosas de ácido ou bases fortes livres.

#### REAGENTES

- Água recentemente desionizada ou destilada, livre de dióxido de carbono e amoníaco com valor de pH entre 6 e 7, e com uma condutividade específica não superior a 200  $\mu\text{S}/\text{min}$  a 20° C.
- Soluções tampão

#### PROCEDIMENTO

- Preparação das amostras – ver anexo
- Transferir  $5 \pm 0,1$  g da amostra para um frasco de boca larga, adicionar 100 ml de água a  $20 \pm 2$  ° C, rolar e agitar manualmente durante 30 seg. Colocar o frasco num agitador e agitar durante 16 – 24 horas. Determinar o valor do pH do extracto sem filtrar.
- Se a determinação do valor do pH do extracto for inferior a 4 ou superior a 10, procede-se à determinação do índice da diferença da seguinte maneira: decantar o extracto, deixando o resíduo no frasco; pipetar 10 ml de líquido para um balão de 100 ml e diluir; ler o valor do pH.

#### **Determinação de substâncias solúveis em diclorometano**

#### REAGENTES

- Diclorometano

#### PROCEDIMENTO

- Amostragem – ver anexo
- Pesar um balão de fundo raso de 250 ml, previamente seco na estufa a  $102 \pm 2$  ° C. Pesar  $10 \pm 0,1$  g de amostra para o cartucho, comprimir o couro com algodão e introduzir o cartucho no sifão de extracção. Introduzir um volume de diclorometano no balão de modo a que ultrapasse a capacidade do sifão. Efectuar a extracção. Secar o extracto na estufa a  $102 \pm 2$  ° C, durante 4 horas. Arrefecer num excicador e pesar. Repetir a secagem, o arrefecimento, e a pesagem com períodos de secagem

de 1 hora até que a perda de peso não exceda 10 mg ou seja atingido um tempo total de secagem de 8 horas. Registrar o peso final.

## RESULTADOS

- Cálculo da massa do extracto  
 $M_1 \text{ (g)} = m_f - m_i$   
 $M_1$  – massa do extracto  
 $m_f$  – peso final  
 $m_i$  – peso inicial
- Cálculo de substâncias extraíveis  
% em massa =  $M_1 * 100 / M_0$   
 $M_0$  – massa da amostra utilizada

## Determinação de matéria volátil

Este método aplica-se a todos os tipos de couro e por vezes é utilizado como complemento de outras determinações.

## PROCEDIMENTO

- Amostragem – ver anexo
- Manter o recipiente de pesagem, previamente lavado e seco, numa estufa a 100 ° C, durante 1 hora. Arrefecer num excicador e pesar. Pesar 3 g da amostra para o recipiente de pesagem e secar durante 5 h a  $102 \pm 2^\circ \text{ C}$ . Arrefecer num excicador e pesar. Repetir a secagem, o arrefecimento e a pesagem com tempos de secagem de 1 hora, até que a perda de massa não exceda 3 mg ou até um tempo de secagem de 8 horas. Registrar o peso final.

## RESULTADOS

- Cálculo da amostra seca  
 $M_2 \text{ (g)} = m_f - m_r$   
 $M_2$  – massa de amostra após secagem  
 $m_f$  – peso final  
 $m_r$  – massa do recipiente
- Cálculo da matéria volátil  
% em massa =  $(M_1 - M_2) * 100 / M_1$

$M_1$  – massa de amostra antes da secagem

### **Determinação de compostos orgânicos voláteis**

Aplica-se a todos os tipos de colas e a vários produtos de acabamento utilizados na indústria do calçado.

O procedimento na preparação das amostras varia de acordo com o tipo de produto.

#### **a) Colas**

##### REAGENTES

- 1-Butanol
- Acetato de n –Butilo

##### PROCEDIMENTO

- Preparar uma mistura de cola e 1-Butanol na proporção 1g : 20 ml. Centrifugar e adicionar 2 ml de Acetato de n –Butilo. Injectar 1 $\mu$ l desta solução no cromatógrafo gasoso com detector FID. Deverá ter-se o cuidado de agitar a solução antes de cada injeção.

#### **b) Produtos de acabamento**

##### REAGENTES

- Solvente para extracção

##### PROCEDIMENTO

- Adicionar 5 ml de solvente a 5 ml de produto a analisar, agitar e filtrar para um frasco com tampa. Se a amostra a ser analisada for muito viscosa, juntam-se os compostos num funil de extracção e recolhe-se a fase orgânica. Injectar no cromatógrafo, repetindo cada análise.

##### RESULTADOS

- Os relatórios obtidos fornecem informações qualitativas e quantitativas sobre os compostos existentes nos produtos – ver anexo.

### **Determinação de cargas**

Usa-se o método das cinzas e aplica-se a quase todas as borrachas e produtos de borracha.

##### PROCEDIMENTO

- Preparar a amostra

- Preparar cadinhos de porcelana, secando-os na mufla durante 1 h 30 a  $550 \pm 25^\circ \text{C}$  e arrefecendo-os num excicador. Pesar os cadinhos e registar o seu peso.
- Colocar nos cadinhos cerca de 1 g de material e levar à mufla durante 1 hora. Depois deste período, abrir a porta da mufla cerca de 5 cm e continuar a aquecer durante 30 minutos.
- Retirar os cadinhos, arrefecê-los num excicador e pesar.

## RESULTADOS

- Cálculo da percentagem das cinzas  
$$\text{Cinzas (\%)} = (M_3 - M_1) * 100 / M_2$$

$M_1$  (g) – massa do cadinho  
 $M_2$  (g) – massa da amostra  
 $M_3$  (g) – massa do cadinho com cinzas

centro-energetico.it

## **ANEXO 1**

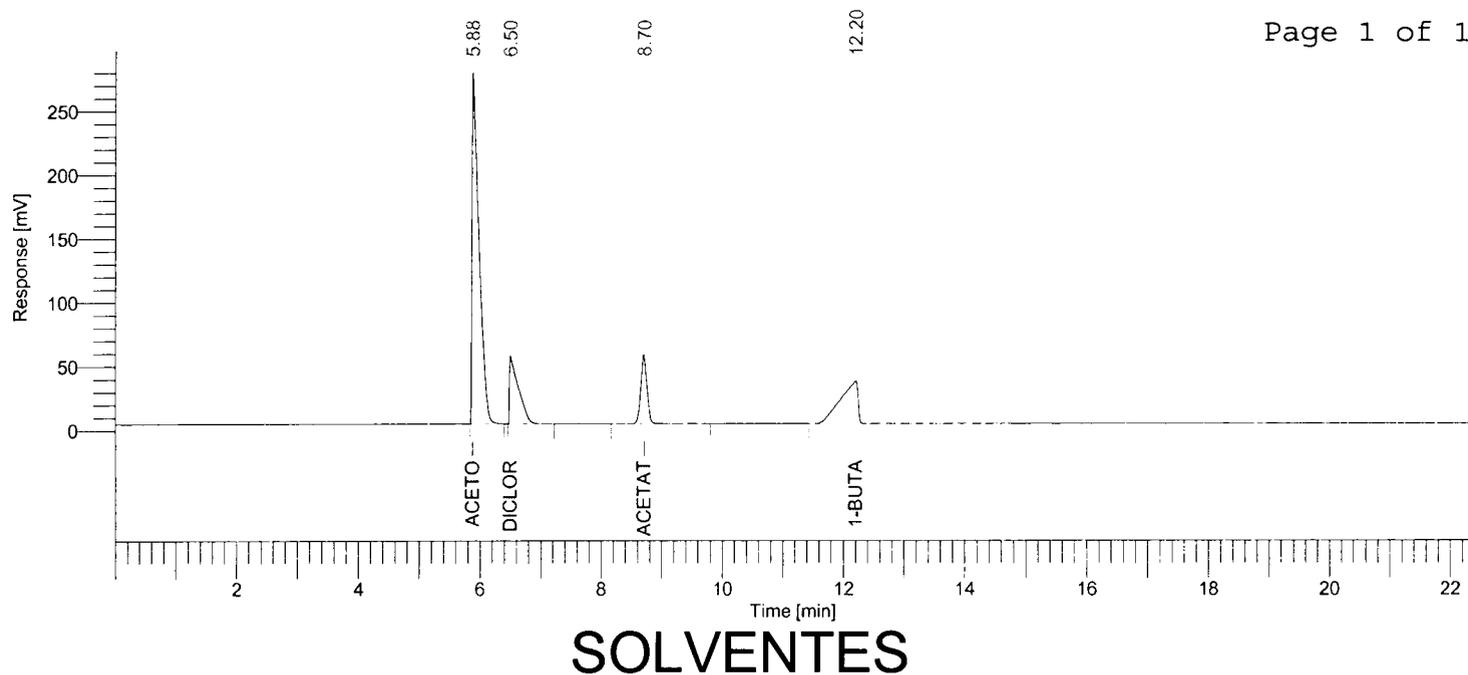
## **ANEXO 1**

### **Preparação da amostra por moagem**

Aplica-se a todos os tipos de couro

#### **PROCEDIMENTO**

- Reduzir o couro a pedaços pequenos, para facilitar a moagem e obter uma amostra uniforme. Se o couro estiver húmido ou molhado, deve-se secar a amostra a uma temperatura que não exceda os 50 ° C e depois condicioná-la numa atmosfera com temperatura de  $20 \pm 2$  ° C e humidade relativa  $65 \pm 2$  %, durante 24 horas.
- Verificar se o moinho, a peneira e o recipiente estão limpos.
- Moer alguns pedaços, desprezar o pó de couro produzido e limpar novamente o moinho.
- Moer toda a amostra e armazenar o pó num recipiente limpo, seco e fechado.
- Nunca usar água ou um pano húmido para limpar o moinho.




---

 RELATÓRIO DO CROMATOGRAMA
 

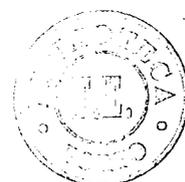
---

Peak #	Time [min]	Component Name	Area [ $\mu\text{V}\cdot\text{s}$ ]	Height [ $\mu\text{V}$ ]	Raw Amount
1	5.877	Acetona	2150257.60	276070.84	7.6061
2	6.496	Diclorometano	544457.86	53118.99	4.6811
3	8.704	Acetato de etilo	376509.76	54015.18	0.3765
4	12.203	1-Butanol	674788.62	33349.15	1.6428
			3746013.84	416554.15	14.3065

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

[ 1 ] Skoog, West, Holler, "Fundamentals of Analytical Chemistry", 7 th Edition, Saunders College Publishing.

[ 2 ] Herbert Meislich, Howard Nechamkin, Jacob Sharefkin, 2ª edição, Schaum/McGraw – Hill.





FACULDADE DE ENGENHARIA  
UNIVERSIDADE DO PORTO

BIBLIOTECA



0000088315