

TECHNICAL REPORT 22205524– 14 SEPTEMBER 2022

TECHNICAL REPORT COMPLIANT WITH THE STANDARD UNI EN ISO 20136:2020

Test material	
ARCHA Sample number	22205524
Supplier identification	BEKEN ITALIA srl
Material identification	PELLE SOTTOPOSTA A CONCIA ORGANICA - RIFERIMENTO NUMERO 2934
Note	PELLE PRODOTTA SECONDO IL "PROCESSO A RIDOTTO IMPATTO AMBIENTALE PER LA CONCIA DI PELLI" COME DA BREVENTO ITALIANO N. 102020000017719 DELLA BEKEN ITALIA SRL
Arrival date	07 July 2022

14 september 2022

LABORATORY ANALYSES TECHNICAL SUPERVISOR

Biodegradability & Compostability

Chemical Dept.

(Dr. Silvia Pierozzi)



INDICE

1. Introduction.....	3
2. Identification of the product	3
2.1. Initial characterizations	4
3. Leather – Determination of degradability by micro-organism in aqueous medium.....	5
3.1. Inoculum preparation.....	5
3.2. Reference and sample preparation	5
3.3. Biodegradability test set-up with infrared sensors	6
3.4. Data Processing	7
3.5. Risults.....	7
3.6. Conclusions on biodegradability test.....	8

ANNEX – Test report n. 22205524/1

1. INTRODUCTION

This technical note describes the results obtained on the following sample:

Table 1. Test material information and identification.

Test material	
ARCHA Sample number	22205524
Supplier identification	BEKEN ITALIA srl
Material identification	PELLE SOTTOPOSTA A CONCIA ORGANICA - RIFERIMENTO NUMERO 2934
Note	PELLE PRODOTTA SECONDO IL "PROCESSO A RIDOTTO IMPATTO AMBIENTALE PER LA CONCIA DI PELLI" COME DA BREVENTO ITALIANO N. 102020000017719 DELLA BEKEN ITALIA SRL
Arrival date	07 July 2022

According to the following standard:

- UNI EN ISO 20136:2020

to certify the degradability in tanning wastewater treatment plants of leather articles.

In particular, this technical report describes the overall results obtained by carrying on:

- 1) Product identification and characterization
- 2) Leather – Determination of degradability by micro-organisms

2. IDENTIFICATION OF THE PRODUCT

The previous Table summarises the main information for the description of the test material, additional information is given below. In Figure 1, the picture of the sample is presented.

- Identification of the finished article: PELLE SOTTOPOSTA A CONCIA ORGANICA - RIFERIMENTO NUMERO 2934
- Other relevant information: PELLE PRODOTTA SECONDO IL "PROCESSO A RIDOTTO IMPATTO AMBIENTALE PER LA CONCIA DI PELLI" COME DA BREVENTO ITALIANO N. 102020000017719 DELLA BEKEN ITALIA SRL

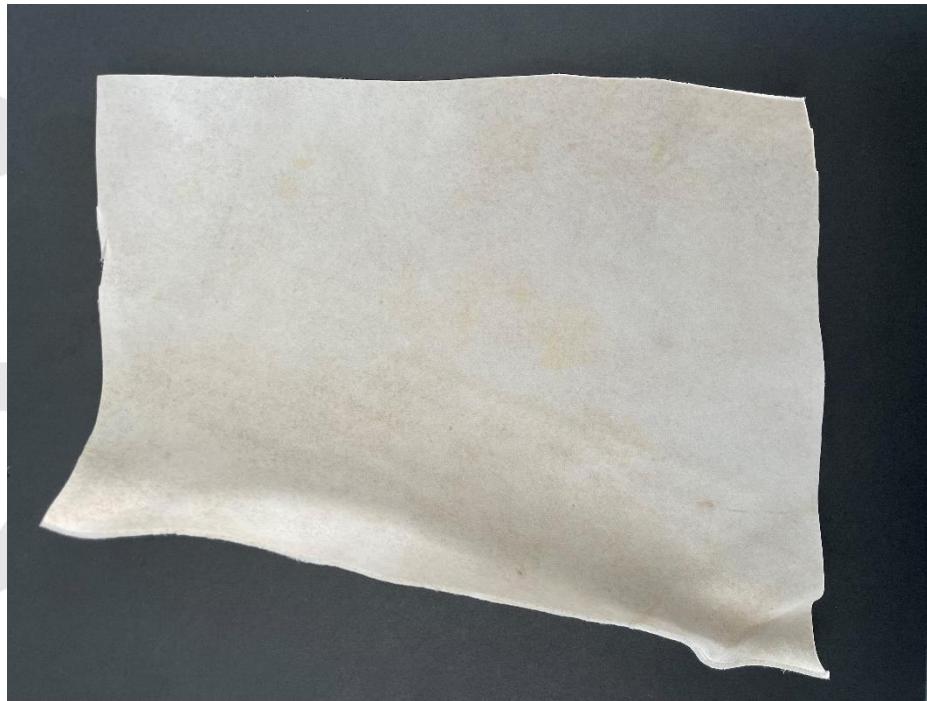


Figure 1. Picture of the sample.

2.1. Initial characterizations

The preliminary analytical characterizations performed were used to quantify the organic carbon content of the leather sample and its dry residue.

Table 2. Chemical characterizations of test material.

Parameter	Units of Measurement	PELLE SOTTOPOSTA A CONCIA ORGANICA - RIFERIMENTO NUMERO 2934 (22205524)
Dry residue	% w/w	50,1
Organic Carbon	% w/w d.m.	48,5

3. LEATHER – DETERMINATION OF DEGRADABILITY BY MICRO-ORGANISM IN AQUEOUS MEDIUM

The biodegradability test in aqueous medium by aerobic micro-organism present in activated sludge of waste water treatment plants from the tanning industry was conducted according to the official method “UNI EN ISO 2013:2020 – Leather – Determination of degradability by micro-organism”.

This test that is actually applicable to leather, and therefore specific to the tanning industry, simulates leather's ability to biodegrade under conditions similar to those of biological waste treatments plants in tanneries.

The test is considered positive if collagen (positive reference control) degrades at least 70% within 50 days (organic carbon mineralization at $\text{CO}_2 > 70\%$). The biodegradability of leather sample is compared with the biodegradability of collagen and the % of degradation resulting from the ratio of the % of biodegraded sample to the % of biodegraded collagen is calculated.

The sample is considered biodegradable with a relative biodegradability value (i.e. compared to biodegradability of collagen):

- 80% or more

3.1. Inoculum preparation

The UNI EN ISO 20136:2020 method allows to determine the degree and speed of aerobic biodegradation of tanned and untanned leathers by determining the CO_2 produced. Biodegradation is conducted by specific micro-organisms contained in an inoculum taken from a sludge of biological treatment plant of tanning wastewater.

The activated sludge was taken on 12 July 2022 from the biological purification tank of the tanning wastewater treatment plant of Consorzio Cuoio-Depur SpA located in Via Arginale Ovest, 81 - 56020 San Romano - San Miniato (PISA).

The sample was transferred to ARCHALAB in a refrigerated bag, where it was centrifuged at 1500 rpm for 5 minutes to separate the suspended solids. The supernatant liquid (100 mL) obtained was added to 900 mL of a nutrient solution, containing ferric chloride, magnesium sulphate, calcium chloride, ammonium sulphate and phosphate buffer.

The inoculum thus prepared was left to stir for 16 hours at 23°C for conditioning of the micro-organisms.

3.2. Reference and sample preparation

The leather sample was previously ground before being introduced into a 2 L bottle. The sample quantity of approximately 0.18 g was added to 1 L of inoculum.

The reference, collagen, was used as received. The amount of collagen of approximately 0.18 g was added to 1 L of inoculum. Biodegradability tests on the collagen and the leather sample were conducted in duplicate. In parallel, an inoculum-only sample was also tested in duplicate.

For each inoculum, collagen and leather sample, the initial total carbon content was determined, which is necessary for the evaluation of the biodegradability percentage. Table 3 below shows the values of dry matter and carbon content in relation to the dry matter of the reference collagen and leather sample.

Table 3. Dry matter values and carbon content in relation to dry matter

Sample	COLLAGEN	PELLE SOTTOPOSTA A CONCIA ORGANICA - RIFERIMENTO NUMERO 2934 (22205524)
Dry residue (% w/w)	90,2	50,1
Organic Carbon (% w/w d.m.)	51,1	48,5

3.3. Biodegradability test set-up with infrared sensors

The test is conducted in a climate chamber at a temperature of $23 \pm 2^\circ\text{C}$. Each prepared sample is continuously flushed with previously treated air in order to remove ambient CO_2 . The air flow is 150 mL/min. Air bubbling is ensured by means of a porous septum immersed in the liquid.

Air outflow of reactors is analysed in terms of CO_2 concentration by a specific infrared sensor. A picture of the climatic chamber and reactors is shown in Figure 2.

The test started on 12 July 2022 and ended on 6 September 2022.

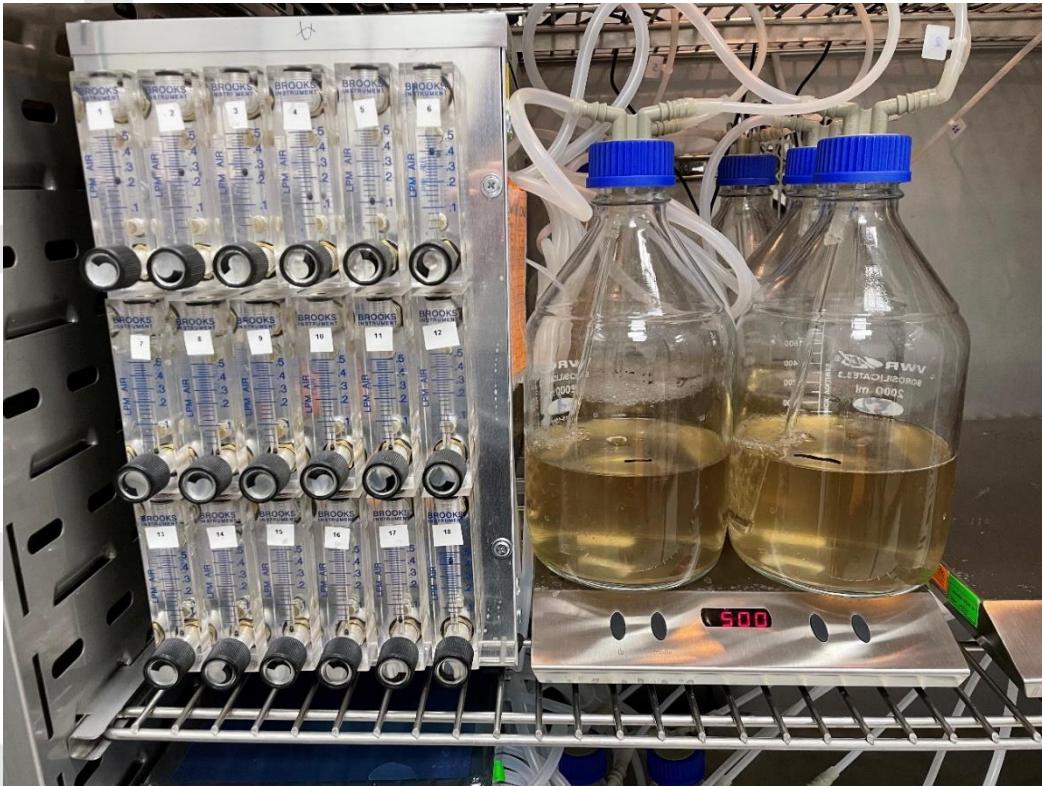


Figure 2. Picture of the biodegradability test set-up

3.4. Data Processing

As mentioned above, the leather sample and the reference collagen were characterized in terms of organic carbon content, in order to be able to calculate the maximum amount of CO₂ that can be developed from the biodegradation process (Th CO₂, in g). This value is considered to be the theoretical 100% biodegradability.

Throughout the test, the concentration of CO₂ produced by the sample, inoculum and reference is determined using an infrared sensor with a measuring range of 0-3000 volumetric ppm. Considering that the flow of air feeding the reactors is 150 ml/min, and the test temperature and pressure are also known, it is possible to calculate the amount of CO₂ produced (in mol/h) by the samples, which is then converted into grams.

The net CO₂ developed in the unit of time by the degradation process of the collagen and the sample is obtained by subtracting from the respective calculated values, that resulting from the inoculum alone:

$$\text{CO}_2 \text{ net collagen} = \text{CO}_2 \text{ collagen} - \text{CO}_2 \text{ inoculum}$$

$$\text{CO}_2 \text{ net leather} = \text{CO}_2 \text{ leather} - \text{CO}_2 \text{ inoculum}$$

The biodegradability percentage of the collagen and the leather sample respectively is obtained from the ratio of the cumulative net CO₂ value at the end of the test (at the plateau value) to the respective Th CO₂ value:

$$\% \text{ absolute biodegradability of collagen} = \frac{\text{CO}_2 \text{ net collagen}}{\text{Th CO}_2 \text{ collagen}} \times 100$$

$$\% \text{ absolute biodegradability of leather} = \frac{\text{CO}_2 \text{ net leather}}{\text{Th CO}_2 \text{ leather}} \times 100$$

The results of the biodegradability percentage obtained from the reference collagen and the sample are compared; the sample will be more readily degradable the closer the biodegradability percentage value is to that of the collagen. Specifically, the result of the biodegradability of the sample is expressed relatively to the biodegradability of the collagen:

$$\% \text{ relative biodegradability} = \frac{\% \text{ absolute biodegradability of leather}}{\% \text{ absolute biodegradability of collagen}} \times 100$$

3.5. Results

Table 4 summarises the final absolute biodegradability values of the collagen and skin sample at the end of the test and the relative biodegradability values of the leather sample.

Table 4. Final values of absolute and relative biodegradability obtained at the end of the test (after 55 days).

Sample	Absolute biodegradability (%)	Relative biodegradability (%)
COLLAGEN	98,1	-
PELLE SOTTOPOSTA A CONCIA ORGANICA - RIFERIMENTO NUMERO 2934 (22205524)	95,5	97,3

Figure 3 shows the trends over time of the biodegradability values for collagen and the sample

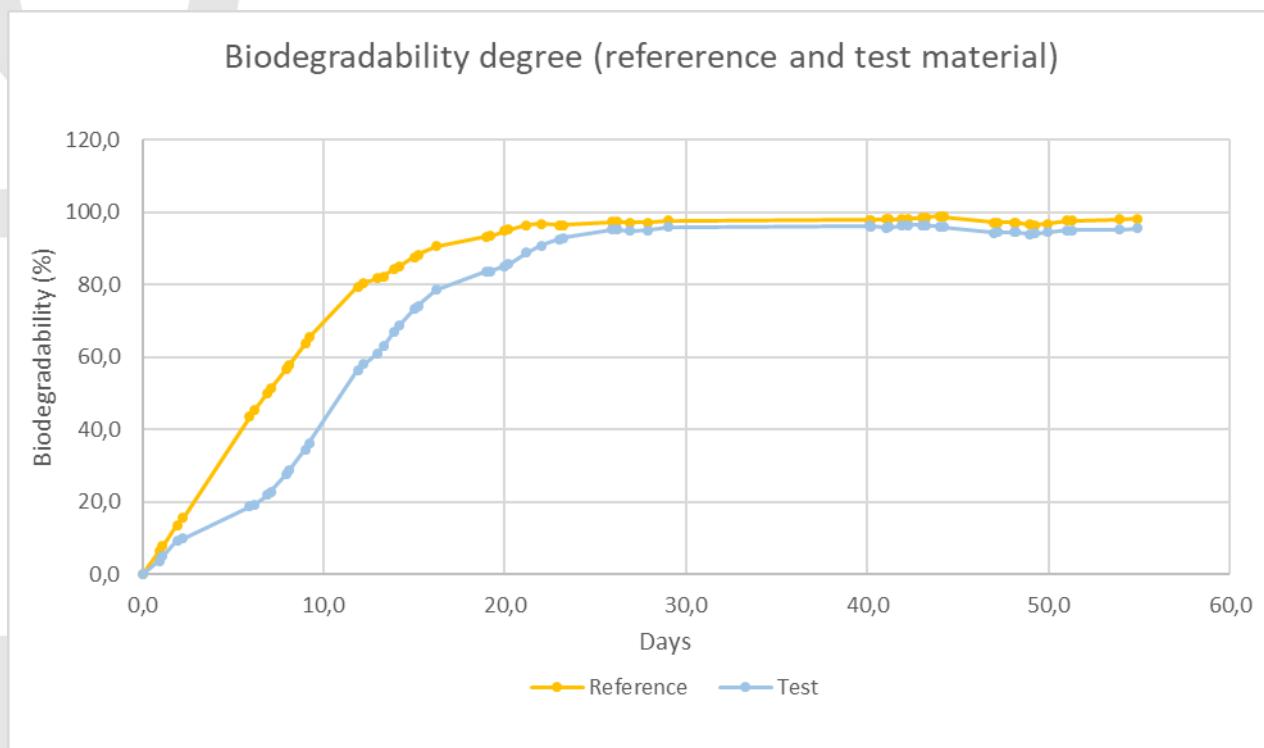


Figure 3. Absolute percentage biodegradability of collagen and sample over time

3.6. Conclusions on biodegradability test

The biodegradation test was performed correctly, according to the validity criterion, whereby within 50 days of incubation, the degree of biodegradation of the reference material (collagen) is greater than 70 per cent: during this trial, 70 per cent biodegradation of collagen was achieved after 12 days.

The test material fulfils the requirements of EN ISO 20136:2020 for the biodegradability degree by micro-organisms, providing an average degree of relative biodegradation of 97,3 % after 55 days (at plateau value).

ANNEX

TEST REPORT

SAMPLE NUMBER:

22205524/1

Data 14/09/2022

Rapporto di Prova 22205524/1

BEKEN ITALIA SRL

Pagina 1 di 2

Spett.le
BEKEN ITALIA SRL
Sede Legale
VIA LEONARDO DA VINCI, 20
36071 ARZIGNANO (VI)

1. Dati del campione

Denominazione: PELLE SOTTOPOSTA A CONCIA ORGANICA - RIFERIMENTO NUMERO 2934 (TEST DI BIODEGRADABILITA' IN ACQUA REFLUA)

Codice campione: 22205524/1 Ricevuto Il: 07/07/2022

Matrice: PELLE E CUOIO Aspetto: SOLIDO

Lotto: 2934

2. Dati del campionamento

Stabilimento: Sede Legale, VIA LEONARDO DA VINCI, 20 36071 ARZIGNANO (VI)

Punto di prelievo: Prelevato Il: 07/07/2022

Campionato da: Committente rif. Verbale campionamento:

Modalità:

3. Dati amministrativi

Codice cliente: Comessa: Preventivo: 202200658 Ordine: 202200658

4. Avvertenze e legende

La riproduzione parziale del presente rapporto di prova è consentita solo previa autorizzazione di ARCHALAB S.r.l.. I dati riportati nel presente Rapporto di Prova si riferiscono esclusivamente al campione sottoposto alle prove. Il campione è stato sottoposto alle prove come pervenuto al laboratorio, salvo diverse indicazioni. Se non già indicato nel Rapporto di Prova sono disponibili su richiesta i dati di incertezza di misura delle singole prove. Salvo diverse indicazioni, quando presenti: la "Denominazione", il "Lotto", le "Condizioni di processo", i "Dati di campionamento" (se campionato dal Cliente), sono dati forniti dal Cliente e il Laboratorio ne declina la responsabilità.

SD = Standard Deviation o Scarto Tipo; LQ = Limite di Quantificazione del metodo; U = Incertezza estesa della prova espressa con la stessa unità di misura del risultato e calcolata con un fattore di copertura k=2,26 (k=2 dove indicato con il simbolo §) corrispondente ad un livello di probabilità di circa il 95 % o come intervallo di confidenza calcolato ad un livello di probabilità di circa il 95 %; U.M. = Unità di Misura.

(*) Prova non accreditata da ACCREDIA

5. Note sul campione

PELLE PRODOTTA SECONDO IL "PROCESSO A RIDOTTO IMPATTO AMBIENTALE PER LA CONCIA DI PELLI" COME DA BREVENTO ITALIANO N. 102020000017719 DELLA BEKEN ITALIA SRL



Rapporto di Prova firmato digitalmente
Dott. Yuri Pelosi
Ordine dei Chimici della Toscana
N. 1680 SEZIONE A

Data 14/09/2022

Rapporto di Prova 22205524/1**BEKEN ITALIA SRL**

Pagina 2 di 2

6. Risultati analitici (data inizio prove: 08/07/2022 - data fine prove: 06/09/2022)

Parametro	U.M.	Risultato	LQ	U	Metodo di prova
CARBONIO ORGANICO TOTALE (TOC)	% p/p (s.s.)	48,5		± 6,9	UNI EN 15936:2022 Met B
RESIDUO SECCO	% p/p	50,1			* UNI EN 15934:2012 Met A
TEST DI BIODEGRADABILITÀ' COLLAGENE - VALORE MEDIO ASSOLUTO					
GRADO DI BIODEGRADAZIONE	%	98,1		± 18,2	UNI EN ISO 20136:2020 Met B
TEST DI BIODEGRADABILITÀ' MATERIALE - VALORE MEDIO ASSOLUTO					
GRADO DI BIODEGRADAZIONE	%	95,5		± 17,7	UNI EN ISO 20136:2020 Met B
TEST DI BIODEGRADABILITÀ' MATERIALE - VALORE RELATIVO					
GRADO DI BIODEGRADAZIONE	%	97,3		± 25,5	UNI EN ISO 20136:2020 Met B

I dati relativi alla caratterizzazione del collagene di riferimento (lotto 7806) sono i seguenti:

TOC = 51,1 % p/p (s.s.) (determinazione effettuata il giorno 17/02/2022)

Residuo secco = 90,2 % p/p (determinazione effettuata il giorno 16/02/2022)

Il fango attivo (utilizzato come inoculo per il test di biodegradabilità) è stato prelevato il 12 Luglio 2022 dalla vasca di depurazione biologica di un impianto di trattamento di reflui conciari. Il campione è stato trasferito presso ARCHALAB in una borsa refrigerata ed è stato centrifugato a 1500 rpm per 5 minuti per separare i solidi sospesi. Il liquido surnatante ottenuto è stato prelevato e addizionato di una soluzione di nutrienti.

L'inoculo così preparato è stato lasciato in agitazione circa 16 ore a 23 °C per il condizionamento dei micro-organismi.

L'evoluzione della CO₂ prodotta dal campione e dal materiale di riferimento viene riportata in allegato.**7. Opinioni e interpretazioni (non oggetto di accreditamento da parte di ACCREDIA)**

Nessuno

Fine Rapporto di Prova



Rapporto di Prova firmato digitalmente
 Dott. Yuri Pelosi
 Ordine dei Chimici della Toscana
 N. 1680 SEZIONE A

ARCHALAB S.r.l. unipersonale

Via di Tegulaia 10/a – 56121 – PISA – ph. +39 050 985165 – www.archa.it – archalabinf@archa.it

C.F. P.IVA Iscr. Reg. Impr. di Pisa n. 02422100509 – Rep. Econ. Amm. di Pisa n° 205920 – Capitale Sociale 100.000 i.v.

MOD. AQ034/PG08 - Rev 08 del 02/11/2021

Allegato al Rapporto di Prova n. 22205524/1 del 14/09/2022

Il metodo UNI EN ISO 20136:2020 consente di determinare il grado e la velocità di biodegradazione aerobica di pelli e cuoi, conciati e non, attraverso la determinazione della CO₂ prodotta. La biodegradazione è condotta da specifici micro-organismi contenuti in un inoculo prelevato da un fango derivante da un impianto di trattamento biologico di reflui conciari.

Nel Grafico 1 viene riportato l'andamento della biodegradabilità media del collagene di riferimento e del campione.

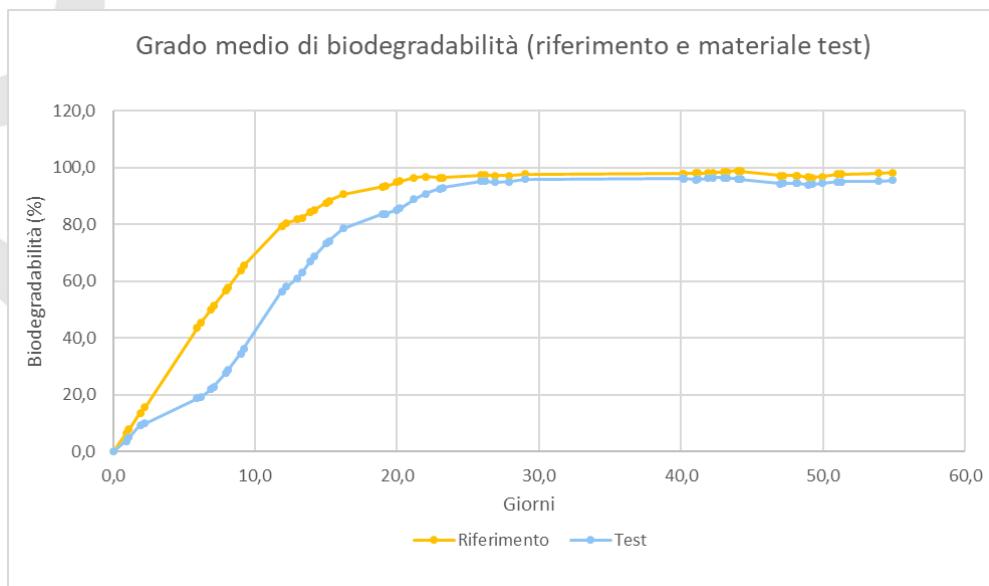


Grafico 1. Andamento del grado medio di biodegradazione per il riferimento e per il campione

In Tabella 1 si riportano i dati grezzi di CO₂ sviluppata in ogni reattore (cumulativa, non sottratta dal bianco) durante il test di biodegradabilità.

Tabella 1. Dati grezzi di CO₂ sviluppata in ogni reattore (cumulativa, non sottratta dal bianco)

TEMPO (gg)	CO ₂ cumulativa (grammi)								
	Bianco 1	Bianco 2	Media Bianco	Riferimento 3	Riferimento 4	Media riferimento	Test 5	Test 6	Media Test
0,0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
0,9	0,013	0,010	0,011	0,022	0,021	0,021	0,013	0,016	0,014
1,1	0,019	0,015	0,017	0,032	0,031	0,032	0,019	0,024	0,022
1,9	0,046	0,036	0,041	0,074	0,074	0,074	0,048	0,059	0,053
2,2	0,054	0,043	0,049	0,088	0,089	0,088	0,055	0,069	0,062
5,9	0,133	0,130	0,131	0,249	0,273	0,261	0,152	0,166	0,159
6,2	0,138	0,135	0,137	0,259	0,285	0,272	0,159	0,172	0,166
6,9	0,149	0,144	0,146	0,284	0,310	0,297	0,172	0,188	0,180
7,1	0,152	0,146	0,149	0,290	0,317	0,303	0,175	0,192	0,184
7,9	0,161	0,158	0,159	0,315	0,347	0,331	0,191	0,213	0,202
8,1	0,162	0,160	0,161	0,320	0,353	0,337	0,194	0,218	0,206
9,0	0,168	0,167	0,167	0,342	0,382	0,362	0,206	0,237	0,221
9,2	0,168	0,169	0,169	0,348	0,389	0,369	0,210	0,241	0,226
11,9	0,168	0,180	0,174	0,393	0,444	0,418	0,253	0,276	0,264
12,2	0,169	0,181	0,175	0,399	0,447	0,423	0,256	0,280	0,268
13,0	0,176	0,183	0,179	0,410	0,452	0,431	0,266	0,289	0,277
13,3	0,179	0,184	0,181	0,413	0,457	0,435	0,272	0,293	0,283
13,9	0,180	0,188	0,184	0,420	0,469	0,445	0,279	0,305	0,292
14,2	0,181	0,188	0,185	0,423	0,473	0,448	0,282	0,309	0,296
15,0	0,188	0,188	0,188	0,437	0,481	0,459	0,291	0,322	0,307
15,2	0,189	0,188	0,189	0,440	0,483	0,462	0,293	0,325	0,309
16,2	0,193	0,189	0,191	0,454	0,489	0,472	0,302	0,335	0,318
19,0	0,203	0,194	0,199	0,470	0,505	0,487	0,319	0,350	0,334
19,2	0,205	0,195	0,200	0,471	0,507	0,489	0,320	0,351	0,335
20,0	0,211	0,198	0,204	0,481	0,515	0,498	0,329	0,356	0,342
20,2	0,211	0,198	0,205	0,483	0,517	0,500	0,331	0,357	0,344
21,2	0,212	0,198	0,205	0,487	0,522	0,505	0,336	0,363	0,350
22,0	0,212	0,200	0,206	0,489	0,524	0,506	0,340	0,366	0,353
23,0	0,212	0,202	0,207	0,489	0,524	0,506	0,347	0,367	0,357
23,2	0,212	0,202	0,207	0,489	0,524	0,506	0,348	0,368	0,358
25,9	0,212	0,204	0,208	0,494	0,526	0,510	0,355	0,370	0,363
26,2	0,212	0,204	0,208	0,494	0,526	0,510	0,356	0,370	0,363
26,9	0,215	0,206	0,210	0,496	0,527	0,512	0,357	0,371	0,364
27,9	0,218	0,209	0,213	0,501	0,529	0,515	0,362	0,374	0,368
29,0	0,219	0,210	0,215	0,505	0,531	0,518	0,364	0,376	0,370
40,1	0,249	0,240	0,244	0,545	0,551	0,548	0,405	0,396	0,401
40,2	0,250	0,241	0,245	0,546	0,551	0,549	0,406	0,396	0,401
41,0	0,253	0,242	0,247	0,551	0,552	0,552	0,410	0,396	0,403
41,2	0,253	0,243	0,248	0,552	0,552	0,552	0,411	0,397	0,404
41,9	0,253	0,247	0,250	0,555	0,555	0,555	0,415	0,399	0,407
42,2	0,253	0,250	0,252	0,557	0,556	0,557	0,417	0,400	0,408
43,0	0,255	0,256	0,255	0,562	0,559	0,561	0,423	0,402	0,412
43,2	0,255	0,257	0,256	0,564	0,560	0,562	0,423	0,402	0,412
44,0	0,258	0,258	0,258	0,567	0,563	0,565	0,424	0,403	0,414
44,2	0,259	0,259	0,259	0,567	0,564	0,565	0,426	0,404	0,415
47,0	0,284	0,279	0,281	0,582	0,584	0,583	0,448	0,421	0,434
47,2	0,285	0,280	0,283	0,583	0,585	0,584	0,449	0,423	0,436
48,1	0,289	0,286	0,288	0,588	0,590	0,589	0,452	0,431	0,441
48,2	0,289	0,288	0,289	0,589	0,591	0,590	0,452	0,432	0,442

48,9	0,293	0,295	0,294	0,591	0,596	0,593	0,456	0,436	0,446
49,2	0,295	0,298	0,296	0,593	0,598	0,595	0,458	0,440	0,449
49,9	0,299	0,304	0,302	0,601	0,603	0,602	0,462	0,448	0,455
51,1	0,302	0,312	0,307	0,610	0,610	0,610	0,466	0,457	0,461
51,3	0,303	0,313	0,308	0,611	0,611	0,611	0,467	0,458	0,462
53,9	0,305	0,323	0,314	0,620	0,616	0,618	0,469	0,468	0,468
54,9	0,305	0,324	0,315	0,622	0,616	0,619	0,470	0,470	0,470

Nel Grafico 2 si riporta l'andamento della CO₂ cumulativa sviluppata in ogni reattore durante il test.

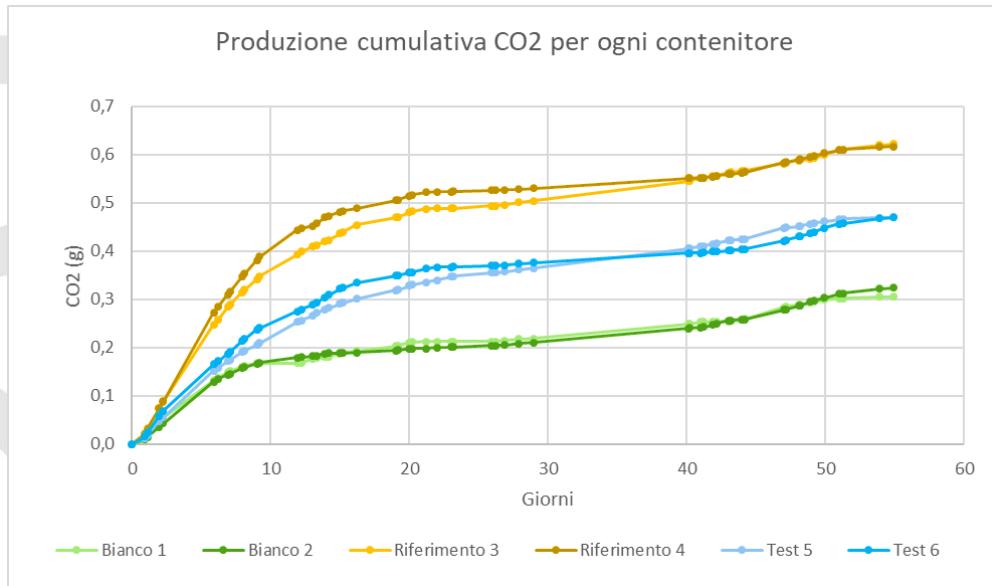


Grafico 2. Andamento della produzione cumulativa di CO₂ per ogni contenitore

Pisa, 14/09/2022

Responsabile Area Chimica
Dott. Yuri Pelosi.....

