



DESTILADOR KJELDAHL MANUAL

MANUAL KJELDAHL DISTILLER

PRO - NITRO M

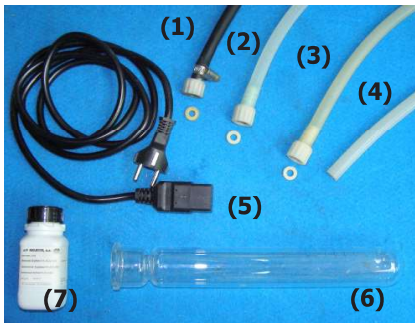
4002627

Indice

1 Lista de embalaje y accesorios.....	4
1.1 Contenido estándar del paquete	4
1.2 Accesorios.....	4
2 Seguridad	5
2.1 Iconos de seguridad	5
2.2 Riesgos a los que está sometido el operador.....	6
2.3 Cualificación del personal	6
2.4 Utilización del equipo	6
2.5 Modificaciones	6
3 Principio de funcionamiento	7
4 Instalación.....	8
4.1 Emplazamiento.....	8
4.2 Conexión a la red eléctrica	8
4.3 Conexiones a la red de agua y desagües	8
4.4 Agua para el generador de vapor	8
4.5 Conexión a valorador automático	8
5 Operación	9
5.1 Colocar/ Extraer el tubo muestra	9
5.2 Adición de NaOH	9
5.3 Destilar	10
5.4 Alarmas	10
6 Destilación de muestras	11
6.1 Revisar niveles y reactivos.....	11
6.2 Precaentamiento del equipo.....	11
6.3 Destilación	12
6.4 Valoración	12
6.5 Cálculo del % de proteínas.....	12
7 Reactivos	13
7.1 Reactivos preparados.....	13
7.2 Preparación propia de los reactivos	13
8 Verificación del equipo (OQ)	14
8.1 Verificación funcional.....	14
8.2 Verificación de la recuperación con amonio sulfato.....	14
8.3 Verificación del blanco.....	14
8.4 Verificación de la recuperación con acetanilida	15
9 Mantenimiento	16
9.1 Limpieza del equipo	16
9.2 Inspección de las mangueras (semanal)	16
9.3 Preparación para el transporte o almacenamiento	17
9.4 Limpieza del sensor de nivel.....	18
10 Especificaciones técnicas	19
11 Servicio técnico	20
11.1 Piezas de recambio	20
11.2 Esquema del conexionado eléctrico	21
11.3 Esquema del conexionado hidráulico	22
12 El análisis de kjeldahl paso a paso	23
12.1 Preparación de la muestra	23
12.2 Digestión.....	23
12.3 Dilución.....	23
12.4 Destilación	23
12.5 Valoración y cálculo.....	23
13 Guía para la IQ y OQ.....	24
14 Garantía.....	25
Aviso a los clientes	25
Notice to customers	25
15 Resolución de problemas	26

Index

1 Packing list & accessories	27
1.1 Standard package content.....	27
1.2 Accessories	27
2 Safety	28
2.1 Safety symbols	28
2.2 Risks which the operator is subjected to.....	29
2.3 Personnel training.....	29
2.4 Proper uses of the equipment.....	29
2.5 Modifications.....	29
3 Working principle overview	30
4 Installation	31
4.1 Suitable location	31
4.2 Connection to power supply	31
4.3 Connection to tap water and waste.....	31
4.4 Water for steam generator	31
4.5 Connection to automatic tritator	31
5 Operation.....	32
5.1 Insert/ Remove the sample tube.....	32
5.2 Adding NaOH	32
5.3 Distillation.....	33
5.4 Alarms.....	33
6 Sample distillation.....	34
6.1 Check levels of tanks.....	34
6.2 Unit warm-up	34
6.3 Distillation	35
6.4 Titration.....	35
6.5 Protein contents (%) calculation.....	35
7 Reagents	36
7.1 Prepared reagents	36
7.2 Proper reagents set up.....	36
8 Checking the distiller (OQ).....	37
8.1 Functional checking	37
8.2 Checking Nitrogen Recovery.....	37
8.3 Blank test.....	37
8.4 Checking Nitrogen recovery with Acetanilide.....	38
9 Maintenance	39
9.1 Cleaning the unit:	39
9.2 Hose inspection (weekly)	39
9.3 Preparing the unit for shipping or storing.....	40
9.4 Level sensor cleaning.....	41
10 Technical specification	42
11 Technical service	43
11.1 Spare parts	43
11.2 Wiring diagram.....	44
11.3 Hydraulic wiring diagram.....	45
12 Kjeldahl analysis step by step	46
12.1 Sample preparation.....	46
12.2 Digestion.....	46
12.3 Dilution	46
12.4 Distillation	46
12.5 Titration and calculations.....	46
13 Guidelines for IQ y OQ.....	47
14 Warranty	47
15 Troubleshooting table	48



1 Lista de embalaje y accesorios

1.1 Contenido estándar del paquete

- Equipo destilador (6)
- Tubo muestra MACRO Ø 42 (6)
- Bandeja (6)
- Tubo 1.5m entrada de agua. Alta presión, conexión de 3/8". (1)
- Tubo 1.5m salida de agua. Silicona 8x14, conexión de 3/8". (2)
- Tubo 1.5m vapor sobrante. Silicona 8x14, conexión de 3/8". (3)
- Tubo 1.5m vaciado generador. Silicona 8x14. (4)
- Cable conexión red eléctrica (5)
- Bidón 2l para NaOH (5)
- Manual de instrucciones (5)
- Bote 100g de Amonio sulfato. (7)

1.2 Accesorios

Tubos, gradillas y pinzas:

- Tubo muestra MACRO Ø 42 4042300
- Tubo muestra MICRO Ø 26 4001045

Gradillas:

- Gradilla MACRO 6 tubos. 4005071
- Gradilla MACRO 12 tubos. 4005081
- Gradilla MACRO 20 tubos. 4005091
- Gradilla MICRO 12 tubos. 4001053
- Gradilla MICRO 24 tubos. 4001054
- Gradilla MICRO 40 tubos. 4001055



Material de seguridad:

- Pinza extracción tubos 7000532
- Guante protector del calor y derrames 1001255
- Guante antiácido 5000044
- Gafas de seguridad 5028192



Equipos de digestión completos

- Unidad de digestión MACRO 6 tubos. 4000629
- Unidad de digestión MACRO 12 tubos. 4000630
- Unidad de digestión MACRO 20 tubos. 4000631
- Unidad de digestión MICRO 12 tubos. 4001047
- Unidad de digestión MICRO 24 tubos. 4001048
- Unidad de digestión MICRO 40 tubos. 4001049



Auxiliares para la digestión:

- Scrubber. 4001611
- Bomba de vacío de circulación de agua. 4001612



2 Seguridad

El equipo PRO-NITRO «M» incluye las medidas de seguridad adecuadas para su utilización en un laboratorio. Sin embargo, la ejecución del análisis del Nitrógeno por el método Kjeldahl conlleva unos riesgos que deben ser conocidos por el operador.

A lo largo de este manual se indican las situaciones de riesgo que deben respetarse.

2.1 Iconos de seguridad

Identifican las situaciones de riesgo y las medidas de seguridad que deben tomarse.

Los iconos hacen referencia al párrafo marcado con la línea gris.



Riesgo de peligro

Riesgo de peligro.

Respetar las instrucciones indicadas para realizar la operación descrita.



Riesgo de contacto con sustancias corrosivas

Riesgo de contacto con Hidróxido de Sodio o ácidos fuertes que atacan fácilmente la piel, ropa y otros materiales.

Respetar las instrucciones indicadas para realizar la operación descrita.



Riesgo eléctrico

Riesgo de accidente eléctrico al acceder a las zonas indicadas con esta señal o al realizar las operaciones indicadas en este manual acompañadas de este icono.

Respetar las instrucciones indicadas para realizar la operación descrita.



Riesgo de quemaduras por contacto con zonas a temperatura elevada.

La temperatura en la zona indicada con este icono puede exceder los 60°C. Utilizar guantes antitérmicos para realizar la operación descrita.

Respetar las instrucciones indicadas para realizar la operación descrita.



Obligatorio el uso de guantes

Es obligatorio el uso de guantes para realizar la operación descrita.

En el apartado «Accesorios» se indica un modelo aconsejado.



Obligatorio el uso de protección de los ojos.

Es obligatorio el uso de gafas de seguridad o protección facial completa para realizar la operación descrita.

En el apartado «Accesorios» se indica un modelo aconsejado.



Información importante

- Información importante para obtener buenos resultados o para un funcionamiento óptimo del equipo.
- Información importante para alargar la vida del equipo o evitar la degradación de alguno de sus componentes.

2.2 Riesgos a los que está sometido el operador

El proceso de determinación del Nitrógeno Kjeldahl con el equipo descrito expone al operador a las siguientes situaciones de riesgo:

- Manipulación de los ácidos Sulfúrico y Clorhídrico concentrados.
- Manipulación de Sodio Hidróxido 40%.
- Manipulación de piezas de vidrio.
- Posibilidad de tocar piezas a una temperatura superior a 60°C
- Posible exposición a vapores ácidos irritantes.
- Riesgo eléctrico.

2.3 Cualificación del personal

Este equipo sólo puede ser utilizado por personal que ha sido cualificado adecuadamente para conocer los peligros a los que se está expuesto en un laboratorio de análisis químico.

Este equipo sólo puede ser utilizado por personal que ha leído y comprendido estas instrucciones o ha sido cualificado adecuadamente en el funcionamiento de este equipo.



2.4 Utilización del equipo

Este equipo está previsto para su utilización en laboratorio para la destilación de muestras por arrastre de vapor. Principalmente en el análisis del nitrógeno Kjeldahl.

La utilización del equipo de una manera que no sea la indicada en este manual, puede comprometer la protección asegurada por el equipo.

No puede utilizarse para destilar sustancias explosivas o inflamables.

El equipo NO está preparado para trabajar en atmósferas explosivas.



2.5 Modificaciones

La modificación del funcionamiento o manipulación de los sistemas de seguridad del equipo, no autorizados por el fabricante, puede exponer al operador a riesgos que no están previstos en este manual.



3 Principio de funcionamiento

El equipo PRO-NITRO M es un destilador por arrastre de vapor, diseñado, principalmente, para la determinación de proteínas por el método directo de Kjeldahl.

Además de proporcionar una destilación por arrastre de vapor, permite la adición de NaOH en la muestra de forma segura.

El equipo se compone de los siguientes sistemas:

El generador de vapor

Genera vapor a partir del agua del depósito situado en la parte superior del equipo.

El generador de vapor incluye dos dispositivos de seguridad:

- Termostato de seguridad: Interrumpe el suministro eléctrico al generador de vapor en caso de que la temperatura aumente excesivamente (por ejemplo por falta de agua)
- Presostato de seguridad: Interrumpe el suministro eléctrico al generador de vapor en caso de que la presión aumente excesivamente.

También incluye una sonda de conductividad que mantiene un nivel de agua constante.

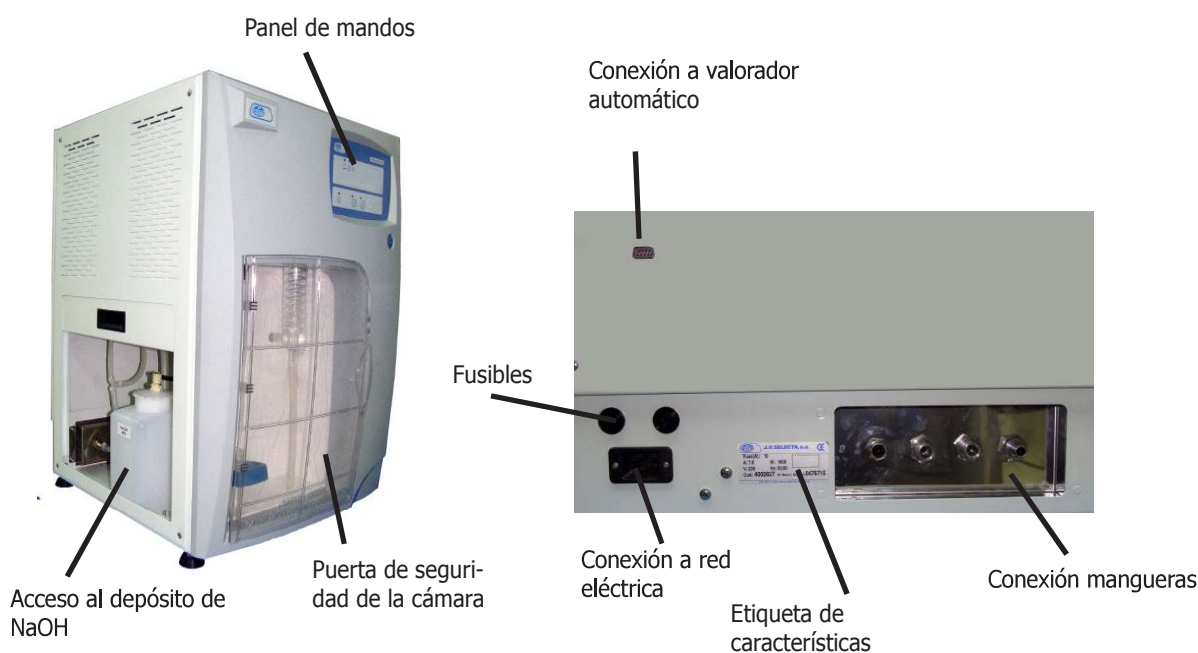
El circuito de destilación

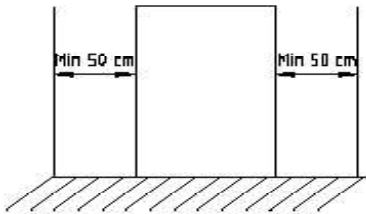
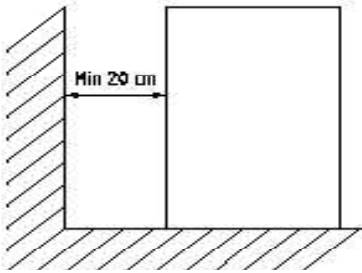
Está formado, principalmente, por dos piezas de vidrio:

- El protector de arrastre: Su diseño especial evita el paso de salpicaduras de NaOH.
- El refrigerante: Condensa los vapores desprendidos de la muestra. Este vidrio está refrigerado por un circuito de agua que viene del exterior y que se abre y cierra automáticamente.

Sistema de adición de NaOH

Formado por una bomba de características especiales para dosificar NaOH directamente al tubo muestra durante la destilación.





4 Instalación

Una vez desembalado el equipo, compruebe fácilmente, que está en buen estado. Conserve el embalaje durante unos días.

4.1 Emplazamiento

Situar el equipo en una superficie plana, nivelada, estable y adecuada al peso del equipo.

A una distancia inferior a 1,5m, debe disponer de una toma de agua, un desagüe y una toma de energía eléctrica.

Para trabajar con comodidad, dejar libre un espacio de 50cm en cada lado del equipo y un mínimo de 20cm en la parte de atrás.

Debe preveer que la carga del depósito de agua está por encima del equipo.

4.2 Conexión a la red eléctrica

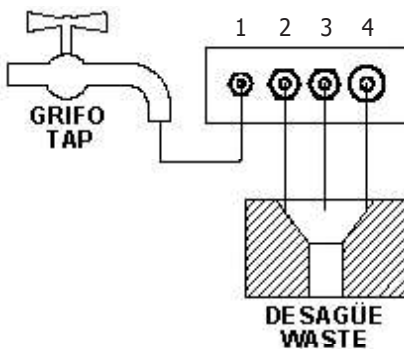
Escoger una toma de corriente cercana al equipo y adecuada a la potencia del equipo.



Utilizar el cable de conexión suministrado u otro de similares características.

Para su seguridad, la toma de corriente debe tener conexión a tierra.

Antes de enchufar, verificar que la tensión y frecuencia de la red eléctrica corresponde a la indicada en la etiqueta de características del equipo.



4.3 Conexiones a la red de agua y desagües.

Conectar la manguera de entrada de agua (1) a un grifo y la salida del agua refrigerante (2) a un desagüe.

Las mangueras de «vapor sobrante» (3) y de «vaciado del generador de vapor» (4) deben ir al desagüe.

No olvidar poner las juntas en las conexiones de plástico.

Apretar con la mano. No utilizar ninguna herramienta.

La presión mínima de la red debe ser 1 bar.



Nota: Es importante para el correcto funcionamiento del equipo que el extremo libre de la manguera «Vapor sobrante» (3) NO esté sumergida en el agua, ni doblada de forma que pueda quedar obturada.

4.4 Agua para el generador de vapor

El equipo lleva incorporado un depósito con capacidad de unos 6 litros para almacenar el agua que utiliza el generador de vapor.



Dado que el sistema de control de nivel de agua del generador de vapor funciona por conductividad, debe utilizarse con una conductividad mínima de 20 microSiemens y sin exceso de cal, para alargar la vida del generador de vapor.

Puede obtenerse agua de estas características, directamente de un equipo de agua desmineralizada. Si la conductividad es baja, añada unos 50mg de Sal (NaCl o Na₂CO₃) por 10 L. de agua.

4.5 Conexión a valorador automático

El equipo incorpora una salida TTL para su conexión a un valorador automático como por ejemplo el DL22 de METTLER TOLEDO.

Al finalizar la destilación el PRO-NITRO «M» envía una señal al valorador para que este inicie la valoración. Ver capítulo 10.



Indicador de estado «ON»



5 Operación

El panel de control permite seleccionar las funciones del equipo e informa del estado actual de funcionamiento y de las alarmas.

Una vez enchufado a red, pulsando el interruptor principal, el equipo se pone en marcha (ON).

Nota: Si se pulsa el interruptor principal de forma consecutiva con un intervalo de menos de 3 segundos, puede ser que el equipo no se ponga en marcha correctamente.

5.1 Colocar/ Extraer el tubo muestra

- Colocar el tubo muestra empezando por introducir el tubo de teflón.
- Seguidamente bajar la palanca de fijación.
- Cerrar la puerta de seguridad.

Proceder de forma similar para extraer el tubo muestra una vez finalizada la destilación.



ATENCIÓN

Utilice guantes antiácidos y antitérmicos.
El tubo de teflón puede tener restos de NaOH o ácido.
El tubo está a una temperatura superior a 60°C una vez finalizada la destilación.

5.2 Adición de NaOH

La adición de NaOH a la muestra puede realizarse de dos modos:

Nota: La adición de NaOH está inhabilitada si no hay tubo muestra.

Adición automática

En este modo, el volumen de NaOH es pre-seleccionado antes de iniciar la destilación mediante el pulsador «NaOH».

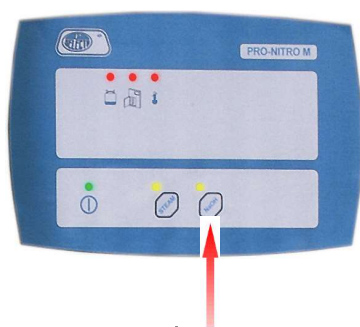
El volumen será dosificado en la muestra al empezar la destilación.

Con el equipo en estado de «Reposo» (No destilando), mantener pulsada la tecla «NaOH» hasta que el equipo emita un número de pitidos que indican el volumen de NaOH que será añadido.

Aproximadamente cada pitido son 25ml.

Nota: El volumen de NaOH es memorizado, sólo mientras el equipo está en «ON». Es necesario programar de nuevo el volumen de NaOH en cada encendido del equipo.

Nota: El volumen de NaOH es programado por tiempo de funcionamiento de la bomba dosificadora. Esto significa que el volumen es sólo aproximado y puede variar ligeramente en función de la concentración del NaOH, la temperatura y la vida de la bomba.



Preselección del NaOH



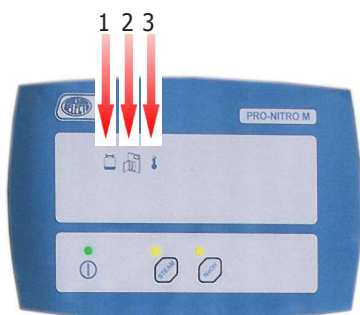
Adición manual del NaOH durante la destilación



Inicio / Paro de la destilación.

Para cambiar el tiempo de destilación, mantener pulsada la tecla «STEAM» durante 5 segundos.

Un pitido: el tiempo es de 6 minutos.
Dos pitidos: el tiempo es de 8 minutos.



Indicadores de alarma

Adición manual

Durante la destilación puede añadirse NaOH a la muestra. Para ello pulsar la tecla NaOH. Se dosifican unos 25ml en cada pulsación.

Nota: Esperar a que finalice una dosificación antes de pulsar «NaOH» para una nueva dosificación.

5.3 Destilar

Al pulsar la tecla «STEAM» el equipo inicia la destilación de la muestra.

Si se ha programado la adición de un volumen de NaOH, se inicia la adición transcurridos unos segundos.

Aproximadamente al cabo de unos 30s la muestra empieza a hervir y los vapores son dirigidos al refrigerante para su condensación. El destilado se recoge en el Erlenmeyer.

Generalmente se considera que cuando se han recogido unos 150ml de destilado puede finalizarse la destilación.
(50ml de Bórico + 150ml de destilado; **Total:** 200ml)

Pulsar «STEAM» para detener la destilación.

Nota: La destilación se para automáticamente transcurridos unos 8 minutos (aprox 200ml de destilado). Pero no es aconsejable dejar el equipo desatendido.

Nota: Manteniendo pulsada la tecla «STEAM» durante 5 segundos se modifica el tiempo de destilación de 8 minutos a 6 minutos (reprogramar al desconectar el equipo).

5.4 Alarmas

Para evitar situaciones de peligro para el usuario o para proteger la vida del equipo se han incorporado unos sistemas de seguridad y unas situaciones de alarma:

(1) Alarma falta de agua en el generador de vapor

- El piloto se ilumina esporádicamente: Indica que el control de nivel detecta un nivel bajo de agua y automáticamente pone en marcha la bomba.
- El piloto se ilumina permanentemente: Indica que el control de nivel detecta un nivel bajo de agua y no se llena de agua. Automáticamente el circuito de control interrumpe la destilación. Probablemente el depósito de agua está vacío.

(2) Alarma de puerta abierta, o sin presencia de tubo.

Este piloto rojo permanece iluminado si la puerta de seguridad está abierta o no se ha colocado un tubo muestra.

Esta alarma bloquea la destilación y la adición de NaOH

(3) Alarma de exceso de temperatura.

Este piloto rojo permanece iluminado cuando un exceso de temperatura en el generador de vapor ha disparado el termostato de seguridad.

Bloquea todas las funciones del equipo.

Una vez disparado, se debe dejar enfriar, solucionar la causa que lo ha provocado y rearmar el termostato pulsando el botón central. El termostato de seguridad se encuentra en el cuadro eléctrico. Para acceder a él debe desmontar la tapa derecha del equipo.

El disparo del termostato de seguridad es provocado por la falta de agua en el generador de vapor, probablemente por ausencia de agua en el depósito o por mal funcionamiento de la bomba de agua.

6 Destilación de muestras

Para obtener buenos resultados y obtener un buen comportamiento del equipo conviene seguir una rutina de trabajo.

6.1 Revisar niveles y reactivos

Antes de empezar una sesión de destilación de muestras revisar los siguientes niveles:

Nivel del depósito de agua del generador de vapor

Rellenarlo con agua desmineralizada.

Si la conductividad es baja, añada unos 50mg de Sal (NaCl o Na_2CO_3) por 10 L. de agua.

La capacidad del depósito es de unos 6 litros, suficiente para analizar unas 20 muestras.



Nivel de NaOH

Rellenar con NaOH al 40% el botellón de 2 litros, situado en el interior del equipo.

Se accede al botellón de NaOH por la puerta situada a la izquierda.

La solución de NaOH, debe estar libre de sales de amonio para evitar su interferencia con el resultado.



Preparación de ácido Bórico

Preparar suficiente cantidad de ácido Bórico al 4% con indicador mixto teniendo en cuenta que para cada muestra necesitará unos 25ml.

Preparación del reactivo de valoración

Preparar suficiente cantidad de reactivo de valoración, normalmente HCl o H_2SO_4 de una concentración 0,25N.



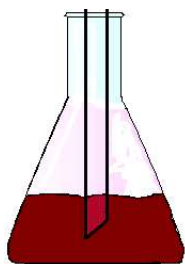
Nota: Ver el capítulo 7 acerca de los reactivos.

Nota: Una de las principales fuentes de error en la determinación del Nitrógeno Kjeldahl es el error en la concentración (Normalidad) del reactivo de valoración. Las botellas abiertas, con el tiempo, tienden a aumentar su concentración, con lo que los cálculos dan como resultado una cantidad de Nitrógeno inferior al real.

6.2 Precalentamiento del equipo.

Para asegurar que el equipo proporcione su máxima eficiencia en la destilación, conviene que antes de iniciar una sesión de análisis esté a su temperatura de régimen. Para ello insertar un tubo muestra con unos 25ml de agua limpia y recoger el destilado durante 5 minutos.

Conviene realizar, también, este precalentamiento si el equipo está 2 o 3 horas sin destilar.



Verificar que la salida de tubo queda sumergida en el ácido Bórico.



6.3 Destilación

Realizar los siguientes pasos: (en el orden que se indica)

- Abrir la puerta de seguridad.
- Situar un frasco Erlenmeyer con unos 25ml de ácido Bórico 4% con unas gotas de Indicador mixto a la salida de refrigerante. **Verificar que la salida de tubo queda sumergida en el ácido Bórico.**
- Colocar el tubo muestra.
- Preseleccionar el volumen de NaOH.
- Pulsar «START». (Seleccionar el tiempo de destilación si es necesario)
- Si es necesario, añadir más NaOH a la muestra pulsando «NaOH».

Control visual: La cantidad de NaOH es suficiente, cuando la muestra toma un color azulado.

- Cuando se han obtenido 200 ml de destilado, pulsar «START» para finalizar la destilación.
- Abrir la puerta de seguridad.
- Extraer primero el tubo muestra.
- Extraer el Erlenmeyer.

6.4 Valoración

Preparar la bureta de valoración con el reactivo escogido, es muy frecuente utilizar HCl 0.25N.

Dosificar lentamente el HCl 0.25N en Erlenmeyer, agitándolo al mismo tiempo.

Valorar hasta el viraje de color. Si se ha utilizado el indicador mixto el viraje es del verde al violeta (o del verde al rojo, depende del indicador).

En el punto final de la valoración el pH es 4.65.

6.5 Cálculo del % de proteínas

A partir del volumen (ml) de HCl consumido en la valoración se calcula el Nitrógeno (mg) Kjeldahl detectado mediante la siguiente expresión:

$$\text{Nitrógeno (mg)} = 14 \times \text{Volumen}_{\text{HCl}} \text{ (ml)} \times \text{Normalidad}_{\text{HCl}}$$

Y, a partir, del nitrógeno Kjeldahl se calcula el % de proteína de la muestra mediante la siguiente expresión:

$$\% \text{ Proteínas} = \frac{P_2}{P_0} \times 100 \times F$$

P2: Nitrógeno (mg).
P0: Peso de la muestra (mg).
F: Factor proteínico.

7 Reactivos

Los reactivos utilizados deben estar libres de amonio.

7.1 Reactivos preparados



Es aconsejable la utilización de reactivos ya preparados, especialmente el HCl de valoración. Cualquier error en su preparación afecta directamente al resultado de la determinación.

Por ejemplo pueden utilizarse los siguientes, o sus equivalentes en otras marcas:

Ácido Bórico 4% RV (Para titulaciones de amoníaco)	PANREAC 282222
Indicador 5 mixto RV (Rojo metilo + Verde Bromocresol)	PANREAC 283303
Indicador mixto RV (Rojo metilo + Azul de metileno)	PANREAC 282430
HCl 0.1N SV	PANREAC 171023
HCl 0.25N SV	PANREAC 182318
H ₂ SO ₄ 0.1N SV	PANREAC 181061
H ₂ SO ₄ 0.2N SV	PANREAC 182011
Sodio Hidróxido 40% RE (Para determinación de N)	PANREAC 171220
Acetanilida 99% (Patrón para validación)	PANREAC 151005
Amonio sulfato (Patrón para validación)	PANREAC 131140
Catalizador Kjeldahl 6.25% Cu tabl. 8g	PANREAC 174428

7.2 Preparación propia de los reactivos

Los reactivos para trabajar con el equipo PRO-NITRO «M» pueden prepararse partiendo de productos más concentrados.



Las preparaciones de NaOH al 40%, ácido Bórico al 4% y de las soluciones indicadoras no es crítica en cuanto a las concentraciones por lo que no es necesario trabajar con precisión.

Para la preparación de las soluciones los ácidos de valoración (HCl ó H₂SO₄) deben trabajarse con extrema precisión. Cualquier error en la concentración es un error en el resultado del Nitrógeno detectado y del % de proteínas.

8 Verificación del equipo (OQ)

Una vez instalado y conocido su funcionamiento, es necesario verificar su funcionamiento.

La verificación del equipo es a cuatro niveles:

8.1 Verificación funcional

Realizar esta verificación en el momento de la instalación y diariamente para prevenir el equipo.

Seguir las instrucciones del capítulo 5 para destilar durante unos 5 minutos.

Cuando el equipo está a régimen de temperatura, destila a razón de unos 30 - 40ml por minuto.

8.2 Verificación de la recuperación con amonio sulfato

Esta verificación es ampliamente utilizada para certificar el funcionamiento del destilador.

Se trata de preparar una muestra cuyo contenido de nitrógeno es conocido. Esta se destila, se valora y se calcula el Nitrógeno detectado.

El porcentaje de nitrógeno detectado sobre el de la muestra se denomina **recuperación** de Nitrógeno.

Para facilitar ésta verificación, junto con el equipo, se suministra un bote de 100gr de Amonio Sulfato.

- Pesar unos 100mg (50 reactivo 0,1N) de amonio sulfato. El peso exacto será P_0
- La cantidad exacta de Nitrógeno es: P_1 (mg) = $P_0 \times 0,212$
- Destilar añadiendo 25ml de NaOH
- Una vez destilado y valorado, según el apartado 6.5, obtenemos el nitrógeno (mg) detectado: P_2

$$P_2 = 14 \times \text{Volumen}_{\text{HCl}} (\text{ml}) \times \text{Normalidad}_{\text{HCl}}$$

- Calculamos la recuperación: $R(\%) = P_2 / P_1 * 100$
- La recuperación aceptable es entre 99.0 y 101.5 %.

Nota:

En algunos documentos se exige que la recuperación sea superior al 99,5%. Para obtener estos resultados debe trabajar con gran precisión y pureza de los reactivos.

8.3 Verificación del blanco

Esta verificación debe realizarse en cada sesión de análisis con la finalidad de cuantificar la ausencia de amonio en los reactivos.

Consiste en destilar y valorar una muestra de 25ml de agua destilada.

Añadir 25ml de NaOH en la destilación.

Realizar varios blancos hasta obtener un valor constante. Si este valor se repite siempre, suele restarse al Nitrógeno detectado.



8.4 Verificación de la recuperación con acetanilida

Esta verificación es ampliamente utilizada para certificar el funcionamiento del proceso completo del análisis del nitrógeno Kjeldahl que incluye las etapas de digestión, destilación y valoración.

Se trata de preparar una muestra cuyo contenido de nitrógeno es conocido. Esta se digiere, se destila, se valora y se calcula el Nitrógeno detectado.

El porcentaje de nitrógeno detectado sobre el de la muestra se denomina **recuperación** de Nitrógeno.

Para realizar ésta verificación se utiliza la Acetanilida.

Preparar la muestra:

Contenido de nitrógeno de una muestra de Acetanilida :

Formula: C_8H_9NO

Peso molecular: 135.17

Factor: $14 / 135.17 = 0.1035$ mg de Nitrógeno = $0.1035 * \text{mg de Acetanilida}$

- Pesar alrededor de 250mg (100mg) de acetanilida. El peso exacto será P_0
- La cantidad exacta de Nitrógeno es: $P_1 \text{ (mg)} = P_0 \times 0,1035$

Digestión de la muestra:

- Colocar la acetanilida en un tubo MACRO, añadir 10ml de ácido sulfúrico 98% (por ejemplo PANREAC 173163) y una tableta de catalizador Kjeldahl.

- Digerir a 400°C durante 1h. (El resultado debe ser un líquido transparente con coloración azul.)

- Dejar enfriar y añadir 25ml de agua destilada en cada tubo. Tomar precauciones para evitar salpicaduras. La reacción del agua sobre el ácido sulfúrico es violenta.



Destilar:

- Destilar añadiendo 75ml de NaOH. Utilizar HCl 0.25N (0.1N) para la valoración.
- Una vez destilado y valorado, según el capítulo 6, obtenemos el nitrógeno (mg) detectado: P_2
- Calculamos la recuperación: $R(\%) = P_2 / P_1 * 100$
- La recuperación aceptable es entre 99.0 y 101.5 %.

Nota:

Si se utiliza tubo MICRO, utilizar 0.3g de acetanilida, 5ml de ácido sulfúrico, y una tableta de catalizador. En la dilución añadir 10ml de agua.

Destilar durante 6 minutos añadiendo 25ml de NaOH.



Nota:

En algunos documentos se exige que la recuperación sea superior al 99.5%. Para obtener estos resultados debe trabajar con gran precisión y pureza de los reactivos.



Limpiar periódicamente los restos de NaOH entre la junta de cierre y el protector de arrastre.



Limpiar periódicamente los restos de NaOH del conector de manguera del depósito.



9 Mantenimiento

El destilador PRO-NITRO M utiliza NaOH y ácidos concentrados para el proceso de análisis. Estas sustancias son muy agresivas y pueden deteriorar algunas de las piezas del equipo.

Para evitar la corrosión del equipo es necesaria una limpieza adecuada.

9.1 Limpieza del equipo

9.1.1 Limpieza del circuito de destilación

Después de cada sesión de análisis, destilar unos 50ml de agua destilada durante unos 5 minutos para eliminar los restos de NaOH del circuito de destilación.

9.1.2 Limpieza de la cámara

La cámara está protegida con un revestimiento resistente a la acción del NaOH, pero debe limpiarse diariamente para evitar su deterioro.

Utilizando un paño mojado con abundante agua, limpiar el interior de la cámara y sus componentes para eliminar cualquier deposición de NaOH.

Limpiar la bandeja con abundante agua.

9.1.3 Limpieza de la junta de cierre

Aproximadamente cada tres meses limpiar, con agua, los restos de NaOH que se observen en la junta de cierre del tubo.

Extraer la junta tirando y girando hacia abajo.

9.1.4 Limpieza del conector de manguera del NaOH

Aproximadamente cada mes limpiar, con agua, los restos de NaOH que se observen en el conector de manguera del depósito del NaOH.

9.1.5 Limpieza del generador de vapor (semanal)

Detener el equipo con el interruptor principal. Abrir la «válvula de vaciado del generador de vapor» y esperar que esté completamente vacío. Cerrar la válvula y poner el equipo en marcha.

El generador de vapor se llena como se explica en el apartado 4 del manual.

9.2 Inspección de las mangueras (semanal)

Conviene inspeccionar, visualmente, el estado de las mangueras y sus conexiones a los distintos componentes.

Para evitar el deterioro del equipo por fugas de líquidos, sustituir, lo antes posible, cualquier manguera en la que se observa algún deterioro o fuga.

9.2.1 Cambio de tubos

Tomar las siguientes precauciones para la sustitución de alguna manguera:

- Desenchufar el equipo de la red eléctrica.
- Procurar, en la medida de lo posible, (Ver 9.3) que la manguera que se va a extraer esté vacía.
- Utilizar sólo mangueras de los materiales indicados en 11.2
- Utilizar abrazaderas como el montaje original.
- Una vez cambiada verificar que no pierde.

9.3 Preparación para el transporte o almacenamiento

Una vez el destilador ha sido utilizado, deben tomarse estas precauciones para su transporte o almacenamiento.

Inicialmente limpiar el equipo siguiendo las instrucciones anteriores.



9.3.1 Extraer completamente el NaOH del equipo:

- **Limpieza del depósito:**
Extraer el depósito de NaOH.
Limpiarlo con abundante agua durante algunos minutos.
- **Limpieza del circuito de NaOH:**
Llenar el depósito de NaOH con agua.
Conectarlo a la Bomba de NaOH.
Insertar un tubo muestra, Pulsar «STEAM» luego pulsar repetidamente «NaOH», hasta hacer pasar los 2 litros de agua a través de la Bomba.



ATENCIÓN
El NaOH es una sustancia corrosiva en la piel.
Utilice guantes antiácidos.
Tome las precauciones adecuadas para la manipulación del NaOH.

9.3.2 Extraer completamente el agua del equipo

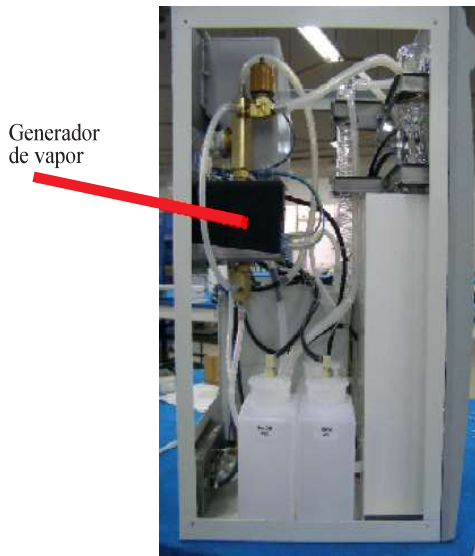
- **Vaciado del depósito de agua y del generador de vapor**
 - 1.- Abrir el grifo de desagüe.
 - 2.- Poner el equipo en marcha, pulsar «STEAM» esperar a que la bomba vacíe toda el agua del depósito.
- **Vaciado del circuito refrigerante**
 - 1.- Desconectar la manguera de **entrada** de agua refrigerante, del grifo.
 - 2.- Poner el equipo en «ON» y pulsar «STEAM».

Nota: A partir de este momento actuar con rapidez para evitar el calentamiento excesivo del generador de vapor.

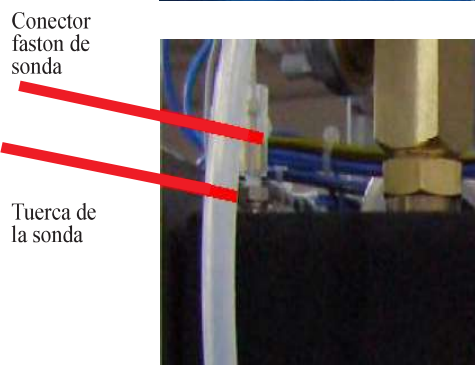
 - 3.- Soplar por el tubo de **salida** de agua refrigerante. El agua **saldrá** por el tubo de **entrada** de agua refrigerante.



ATENCIÓN
No transporte el equipo sin haber extraído el NaOH y el agua.
Durante el transporte, las fugas de NaOH y agua pueden caer sobre componentes vitales del equipo y causarle daños.
Durante el transporte se puede producir el vertido de NaOH y agua al exterior del embalaje.



Generador de vapor

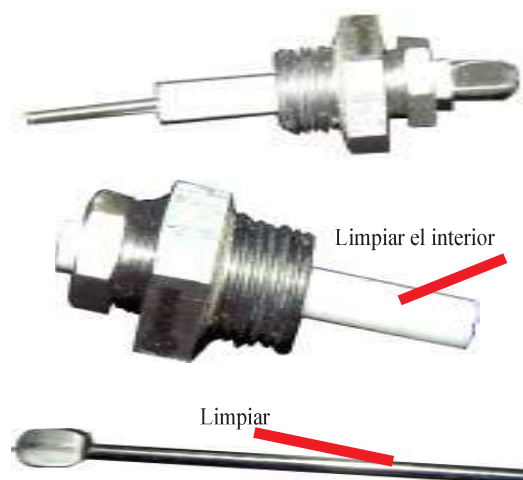


Conector faston de sonda

Tuerca de la sonda



Tuerca de 19mm



Limpiar el interior

Limpiar

9.4 Limpieza del sensor de nivel

En el interior del generador de vapor se debe mantener un nivel de agua constante.

Para controlar el nivel, hay una sonda de nivel de agua (una varilla de acero) que cuando pierde el contacto con el agua, muestra una gran resistencia eléctrica a la electrónica, lo que provoca que el microprocesador ponga en marcha la bomba de agua para llenar el generador de vapor hasta el nivel de la sonda.

Después de un tiempo trabajando (algunos meses), la cal se deposita en la sonda provocando una avería.

Efectos que se observan:

Los residuos calcáreos cortocircuitan el camino entre la sonda y las paredes del generador de vapor (conectado a tierra) con lo que la sonda presenta una baja resistencia a la electrónica. La misma señal se muestra cuando el generador de vapor está lleno de agua. Esto provoca que el microprocesador no ponga en marcha la bomba de agua y por lo tanto el generador de vapor se queda vacío de agua. Esto puede provocar la actuación del termostato de seguridad.

En pocas palabras, la sonda debe extraerse y limpiarse. Necesitará un destornillador (estrella) y una llave fija de 12mm y una de 19mm.

La frecuencia con la que se debe realizar esta limpieza depende de dos factores:

- La dureza del agua utilizada.
- El uso del equipo.

Como norma general, efectuar cada **6 meses**.

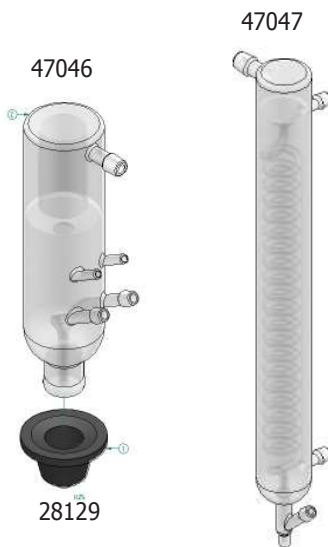
- Extraer la tapa lateral de la izquierda (6 tornillos)
- Localizar el generador de vapor.
- Desconectar el conector de la sonda (Cable blanco con conector FASTON)
- Desenroscar el sensor con una llave de 19mm.
- Desenroscar la sonda con una llave fija de 12mm.
- Extraer la varilla de su alojamiento de PTFE (blanco)
- Limpiar la varilla y su alojamiento de PTFE de las deposiciones calcáreas. Utilizar HCl diluido o cualquier limpiador doméstico para eliminar la cal. Rascar con un estropajo.
- Montar de nuevo.

10 Especificaciones técnicas

Voltaje de red:	230V 50/60Hz (Ver etiqueta de características) Otros Voltajes de red están disponibles. (Consultar)
Potencia eléctrica:	1900W (Ver etiqueta de características)
Intensidad máxima:	8.5 A
Fusibles:	10 A rápido. Dimensiones: 20x5 mm
Cable de conexión a red:	Fase, Neutro, Tierra (sección 1mm ²)
Peso (Neto):	35 Kg
Medidas: Fondo x Ancho x Alto	500 x 490 x 740 mm
Volumen depósito agua:	6 litros
Volumen depósito NaOH:	2 litros
Recuperación nitrógeno:	>99,5%
Rango de detección:	0,2 a 200 mg
Reproductibilidad:	Desviación estándar Relativa < 1%
Velocidad de destilación:	aprox. 30 / minuto.
Duración de un análisis corto:	6 minutos, aprox. 150ml.
Duración de un análisis largo:	8 minutos, aprox. 200ml
Racord entrada agua refrigerante:	3/4"
Racord salida agua refrigerante:	3/4"
Racord salida vapor sobrante:	3/4"
Dosificación bomba NaOH:	de 0 a 100 en pasos de 20ml
Nivel Sonoro:	Inferior a 60 dBA
Condiciones ambientales:	Uso en interiores. Altitud hasta 2000m Temperatura entre 5°C y 40°C. Humedad relativa máxima 80% para temperaturas hasta 31°C, disminuyendo linealmente hasta el 50% de humedad relativa a 40°C
Nivel de sobretensión:	Categoría II
Grado de contaminación:	2
Material de vidrio:	Borosilicato 3.3
Material frontal y puerta:	Inyectado de ABS
Material Chasis:	Acero con recubrimiento
Material Cámara:	Aluminio con recubrimiento RILSAN resistente a los agentes químicos.
Material Generador vapor:	Acero Inoxidable.
Material tuberías:	Silicona, Elastómero sintético fluorado.
Conexión para valorador automático:	Salida TTL, pulso (de «1» a «0») en pin1 de 200ms para indicar al valorador en fin de la destilación. Tierra en Pin 5.

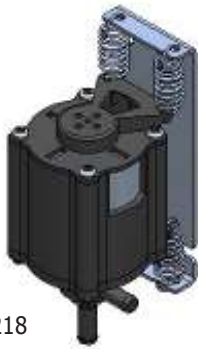


32052



28129

24218



11 Servicio técnico

Para la reparación o sustitución de piezas deterioradas póngase en contacto con J.P. SELECTA, s.a.u. o con su distribuidor. Ellos le informarán de los servicios técnicos autorizados de su zona.

A continuación se ofrece una lista de recambios para facilitar su adquisición e identificación.

11.1 Piezas de recambio

- 16087** Electroválvula N. A.
- 16067** Electroválvula de entrada de agua.
- 24278** Bomba KNF (NaOH).
- 24218** Bomba Agua.
- 28129** Goma de cierre.
- 28403** Bandeja.
- 32052** Generador de vapor 1800W.
- 47046** Protector de arrastre.
- 47047** Refrigerante.
- 47259** Válvula antiretorno.
- 29512** Placa electrónica de relés.
- 29519** Placa electrónica del panel de mandos.
- 29530** Nivel

Mangueras:

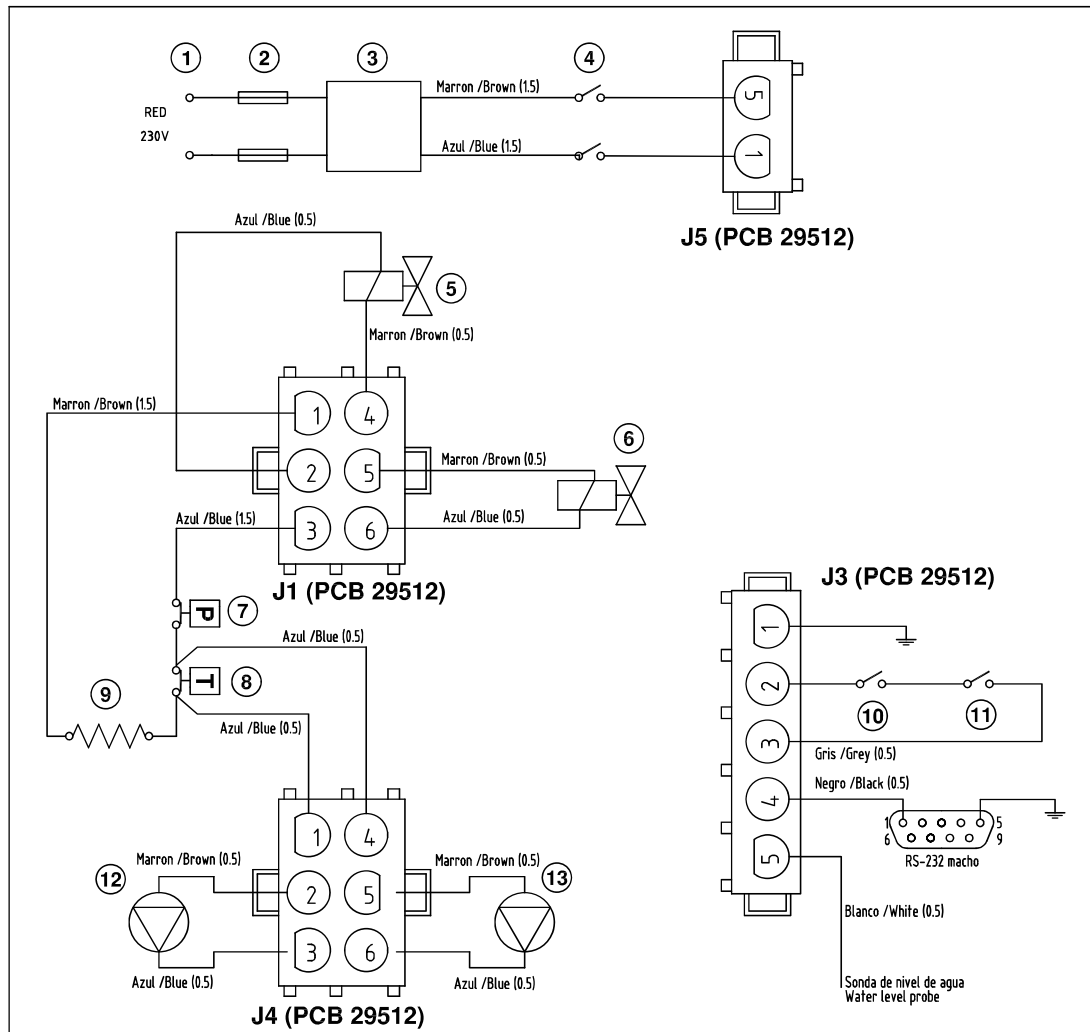
- | | | |
|--------------|---------------------------------|-------------------------------|
| 46030 | Tubo de teflón 8x10 | Tubo sumergido en la muestra. |
| 46041 | Tubo silicona 8x14 | Para agua y vapor. |
| 46042 | Tubo silicona 6x10 | Para agua y vapor. |
| 46143 | Manguera de presión | Conexión a la red de agua. |
| 46085 | ISO VERSINIC negro 12x17 | Unión entre vidrios. |
| 46139 | ISO VERSINIC negro 6x10 | NaOH |



ATENCIÓN

Antes de realizar cualquier trabajo en el interior del equipo
DESCONECTARLO de la RED ELÉCTRICA

11.2 Esquema del conexionado eléctrico

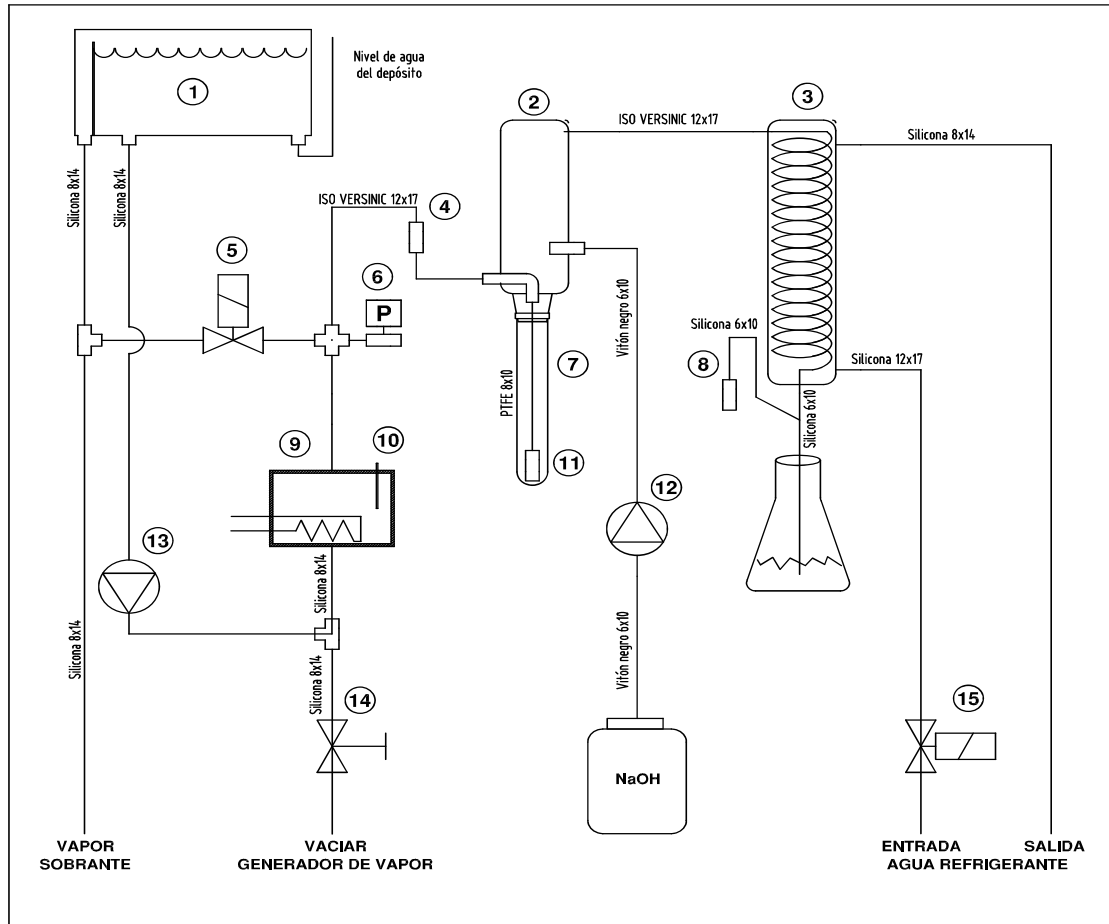


Rev	Fecha	Descripción
A	24/05/2018	Modificados componentes varios (IM:01016)

Lista de componentes

Número	Código	Descripción	Modelo	Cant.	Artículo
1	7172	BASE ENCHUFE 16A		1	
2	15318	PORTAFUSIBLE (16A)	+ FUSIBLE 5x20 10A	2	15551
3	45022	FILTRO DE RED		1	
4	20092	INTERRUPTOR BIPOLAR	ARCOLECTRIC C8250AA	1	
5	16087	ELECTROVALVULA AIREAR (N.A.)		1	
6	16067	ELECTROVALVULA AGUA (N.C)		1	
7	16340	PRESOSTATO LIMITADOR	901.63 25-100 mbar	1	
8	43031	TERMOSTATO DE SEGURIDAD	EGO 55.134.22.030	1	
9	32052	GENERADOR DE VAPOR	1800W 230V	1	
10	20097	MICROINTERRUPTOR PUERTA		1	
11	20093	MICROINTERRUPTOR BRAZO TUBO	MARQUARDT 1006 - 1401	1	
12	24218	BOMBA AGUA		1	
13	24278	BOMBA NaOH		1	
14	29512	PLACA DE RELES PRO-NITRO M	230V	1	
15	29519	PLACA DE TECLADO PRO-NITRO M		1	

11.3 Esquema del conexionado hidráulico.



Lista de componentes

Número	Código	Descripción	Modelo	Cant.	Artículo
01	284.05	DEPOSITO 6L	ABS	1	
02	4.7046	PROTECTOR ARRASTRE	BOROSILICATO	1	
03	4.7047	REFRIGERANTE	BOROSILICATO	1	
04	4.7259	ANTIRETORNO	BOROSILICATO	1	
05	16087	ELECTROVALVULA NORMALMENTE ABIERTA		1	
06	1634.0	PRESOSTATO 25-100 mBar	901. 63	1	
07	-	TUBO MUESTRA		1	4042300
08	28291	VALVULA ANTISUCCION	KARTELL KA461	1	
09	32052	GENERADOR DE VAPOR 230V 1800W		1	
10	-	SENSOR DE NIVEL		1	
11	28215	DIFUSOR DEL VAPOR	PTFE	1	
12	24.278	BOMBA DOSIFICACION NaOH		1	
13	24.218	BOMBA ALIMENTACION DE AGUA		1	
14	5665	VALVULA MANUAL DESAGUE	INOX	1	
15	16067	ELECTROVALVULA ENTRADA AGUA		1	

12 El análisis de kjeldahl paso a paso

12.1 Preparación de la muestra

- Triturar, homogeneizar y mezclar la muestra.
- Pesar entre 1 y 2 gramos de muestra.
- En muestras con contenidos de nitrógeno muy pequeño, (aguas residuales, etc) tomar la muestra suficiente para contenga como mínimo 5 mg de nitrógeno.



12.2 Digestión

- Añadir entre 10 y 15 ml (tubo macro) de H_2SO_4 96-98% y 15-20 g de catalizador. (Para el tubo micro, el máximo de H_2SO_4 es 5ml)
- Montar un sistema para la extracción de humos o scrubber con NaOH.
- Realizar la digestión en tres pasos:

1. En función del contenido de agua de la muestra, empezar la digestión evaporando agua a 150°C durante 20 o 60 minutos.
2. Realizar un segundo paso a 280°C durante 30 minutos para reducir la producción de humos blancos.
3. Continuar la digestión a 400°C durante 60 - 90 minutos.

Control Visual: El resultado es un líquido transparente nítido con coloración azul claro, verde o amarillo dependiendo del catalizador utilizado. No deben quedar restos negros adheridos a la pared de tubo.

Nota: Durante la digestión debe controlarse la producción de espuma en las muestras. Si esta es excesiva, debe alargarse el paso nº 1.

12.3 Dilución

- Sacar los tubos muestra del bloque digestor y dejar enfriar a Tª ambiente. (Puede forzarse sumergiendo los tubos, cuidadosamente, en un poco de agua)
- Añadir unos 25ml de agua en cada tubo. (10 para tubo MICRO)
- Añadir el agua despacio y moviendo el tubo si dejar solidificar la muestra. Si es necesario calentar ligeramente el tubo (Por ejemplo introduciéndolo en el bloque digestor todavía caliente)
- Dejar enfriar de nuevo hasta Tª ambiente.
- Para evitar pérdidas de nitrógeno y reacciones violentas no introducir el tubo todavía caliente al destilador.



12.4 Destilación

- Comprobar el nivel de los depósitos de NaOH y Acido Bórico, Comprobar que las bombas dosificadoras están cebadas y dosifican los volúmenes correctos.
- Situar un Erlenmeyer de 250ml a la salida del refrigerante con 50ml de ácido Bórico y unas gotas de indicador.
- Programar una dosificación de 50 a 75 ml de NaOH. (25ml para MICRO)
- Introducir el tubo con la muestra en el destilador.
- Destilar hasta recoger 250ml en el Erlenmeyer (50ml Bórico + 200ml de destilado).

Control Visual: Una vez se ha añadido el NaOH, la muestra debe tomar una coloración azulada, de no ser así, añadir más NaOH.

12.5 Valoración y cálculo

- Valorar el destilado con HCl ó H_2SO_4 0,1 o 0,25 N hasta el cambio de color. (punto final: pH 4,65)
- Realizar el cálculo: $mg \text{ de Nitrógeno} = 14 * Volumen_{HCl} * Normalidad$
- Para pasar a contenido de proteínas corregir por el factor adecuado según la naturaleza de la muestra. (6,25 por defecto)
- Periódicamente realizar un ensayo en blanco y restarlo del resultado.

13 Guía para la IQ y OQ

En algunos laboratorios se requiere que el instalador elabore un documento de IQ para certificar que la instalación del equipo se ha realizado correctamente y un documento de OQ para certificar que el equipo funciona correctamente. El instalador puede elaborar estos documentos a partir de la siguiente listas de comprobación:

Lista de comprobación de la IQ (Installation Qualification):

- Nombre del instalador.
- Nombre del fabricante:
- Identificación del equipo: código, modelo y número de serie.
- Localización del equipo: Laboratorio y persona responsable del equipo.
- Comprobación del contenido del paquete:
 - El paquete contiene todos los elementos del apartado 1.1
- Emplazamiento del equipo:
 - Superficie de soporte, plana, estable, adecuada al peso del equipo, y espacio libre alrededor del equipo.
 - Toma de red eléctrica, toma de agua y desagüe cercanos.
- Conexión a la red eléctrica.
Base fija de toma de corriente de red dispone de:
 - Borne de tierra de protección.
 - Es adecuado a la potencia eléctrica del equipo. (mínimo 10A)
 - La tensión de la red eléctrica es de 230V \pm 10%
- Conexión a la red de agua.
 - La presión del agua es como mínimo de 1bar.
 - Las mangueras de desagüe se han fijado de forma fiable al desagüe de la instalación.
- Agua para el generador de vapor: comprobar que el agua que va a utilizarse para el generador de vapor cumple el apartado 4.4.
- El manual de instrucciones está disponible en un idioma comprensible para el usuario.
- Comprobar que el usuario dispone de los reactivos adecuados:
 - NaOH 40%.
 - Acido Bórico 4% con el indicador adecuado o solución fijadora de amoníaco.
 - Reactivo de valoración
- Formación del personal: El personal a cargo del equipo ha comprendido toda la información de este manual de instrucciones.
- Fecha y persona responsable de la instalación.

Lista de comprobación de la OQ (Operation Qualification):

- Nombre del instalador.
- Nombre del fabricante:
- Identificación del equipo: Código, modelo y número de serie.
- Localización del equipo:
- Verificación de que el equipo destila correctamente. Ver: 8.1
- Verificación de la recuperación de Nitrógeno con muestras de amonio sulfato. Ver 8.2
Anotar: Peso de amonio sulfato, Normalidad del HCl, consumo de HCl y recuperación obtenida.
- Verificación del ensayo en blanco. Ver 8.3
Anotar: Peso de amonio sulfato, Normalidad del HCl, consumo de HCl y recuperación obtenida.
- Opcionalmente puede realizarse la verificación de la recuperación de Nitrógeno con muestras de Acetanilida. Ver 8.4
Anotar: Peso de acetanilida, Normalidad del HCl, consumo de HCl y recuperación obtenida.
- Fecha y persona responsable de la instalación.

14 Garantía

La garantía cubre los componentes defectuosos y los defectos de montaje durante 1 año desde la fecha de compra.

Guardar la factura de compra como único documento válido de la fecha de compra.

La garantía no cubre los daños causados por un funcionamiento defectuoso del equipo. El equipo debe validarse adecuadamente antes de ser utilizado en el análisis de muestras valiosas para el usuario.

No se acepta ninguna devolución sin previa autorización de J.P. SELECTA, s.a.u.

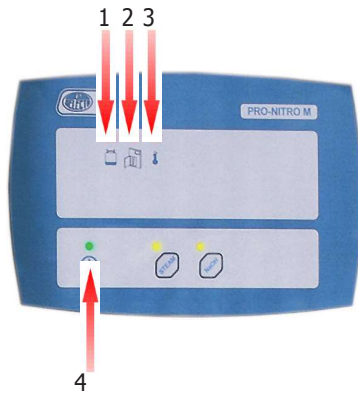
Aviso a los clientes:



El producto se compone de varios componentes y diversos materiales que deben reciclarse o, en su defecto, depositarse en los sitios correspondientes de eliminación de escombros cuando la vida del producto se ha completado o cuando, de lo contrario, es necesario desecharlo. Para ello, el usuario final que adquiere el producto debe conocer la normativa vigente de cada municipio y / o localidad en función de los residuos eléctricos y electrónicos. El usuario que adquiere este producto debe conocer y ser responsable de los posibles efectos de los componentes sobre el medio ambiente y la salud humana como resultado de la presencia de sustancias peligrosas. Nunca coloque el producto en un contenedor convencional de alcance ciudadano si es un desmantelamiento previo y conocimiento de los componentes que incorpora. Si no conoce el procedimiento a seguir, consulte con el consejo de la ciudad para obtener más información.

Notice to customers:

The product is made up of various components and various materials that must be recycled or, failing that, deposited in the corresponding debris removal sites when the product's life has been completed or when otherwise it is necessary to dispose of it. To do this, the end user who acquires the product must know the current regulations of each municipality and / or locality based on the waste electrical and electronic equipment. The user who acquires this product must be aware of and responsible for the potential effects of the components on the environment and human health as a result of the presence of hazardous substances. Never place the product in a conventional container of citizen scope if a previous dismantling and knowledge of the components that incorporates. If you do not know the procedure to follow, consult with the city council for more information.



15 Resolución de problemas

- **No se enciende el indicador verde «ON».**

Verificar fusibles y cable de conexión a la red eléctrica.

Verificar interruptor principal.

- **El equipo está continuamente añadiendo agua hasta que esta sale por el tubo muestra.**

El equipo no detecta el nivel de agua porque tiene poca conductividad. Añadir unos 250ml de agua del grifo al depósito de agua.

Verificar el cable (Blanco) de la sonda de nivel del generador de vapor.

- **Al finalizar la destilación el contenido del tubo muestra es absorbido hacia el generador de vapor.**

Verificar que la manguera de vapor sobrante no esté obturada.

Localizar la Electroválvula de aireación:

Comprobar que se activa, verificar la tensión con un tester (230V).

Comprobar (desmontándola) que no esté obturada.

- **La alarma (2) de presencia de tubo y puerta cerrada está siempre encendida y bloquea el funcionamiento del equipo.**

Verificar que la puerta esté bien cerrada.

Verificar que los microinterruptores actúan (se oye un clic) al cerrar la puerta o al bajar la palanca del tubo muestra.

Verificar la continuidad del cableado (Gris)

- **No entra agua de refrigeración:**

Comprobar si el grifo de agua de red está abierto.

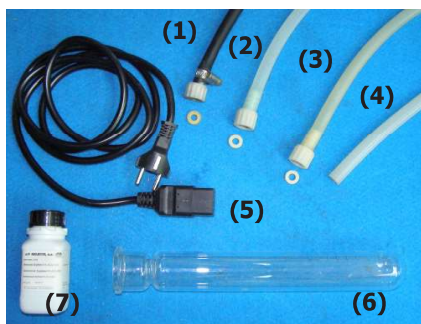
Localizar la válvula de entrada de agua refrigerante, verificar la tensión con un tester (230V). Si tiene tensión y no se abre, golpear el cuerpo de la válvula. Esto es debido a que un pequeño depósito de cal ha bloqueado el paso de agua. Si golpeando no es suficiente, desmontar la válvula para limpiar el paso de agua.

- **Alarma del termostato de seguridad (3) encendida y el equipo está bloqueado.**

Se activa esta alarma cuando en el generador de vapor se alcanzado una temperatura excesiva. En esta situación el elemento calefactor queda desconectado por el termostato y la electrónica de control bloquea todas las funciones del equipo.

Para el rearme el termostato, esperar unos minutos a que la temperatura del generador baje a valores normales, y pulsar el botón de rearme.

La causa del disparo del termostato es que el generador de vapor se ha quedado sin agua. Verificar los componentes del circuito de agua para generar vapor, depósito, bomba, mangueras, sonda de nivel.



1 Packing list & accessories

1.1 Standard package content

- Distilling unit
- MACRO size sample tube Ø 42 (6)
- Tray
- Tube 1.5m incoming water. High pressure, coupling 3/8" (1)
- Tube 1.5m water outlet. Silicone 8x14, coupling 3/8". (2)
- Tube 1.5m remaining steam. Silicone 8x14, coupling 3/8". (3)
- Tube 1.5m generator emptying. Silicone 8x14. (4)
- Power supply wire (5)
- 2 litre tank for NaOH
- Instructions Manual
- Flask 100g of Ammonia sulphate. (7)

1.2 Accessories

Tubes, racks and tongs:

- MACRO sample tube Ø 42 4042300
- MICRO sample tube Ø 26 4001045

Racks:

- Rack MACRO 6 tubes. 4005071
- Rack MACRO 12 tubes. 4005081
- Rack MACRO 20 tubes. 4005091
- Rack MICRO 12 tubes. 4001053
- Rack MICRO 24 tubes. 4001054
- Rack MICRO 40 tubes. 4001055

Safety goods:

- Tongs for tubes 7000532
- Protection gloves 1001255
- Anti-acid gloves 5000044
- Safety glasses 5028192

Complete digestion sets

- Digestion unit MACRO 6 tubes. 4000629
- Digestion unit MACRO 12 tubes. 4000630
- Digestion unit MACRO 20 tubes. 4000631
- Digestion unit MICRO 12 tubes. 4001047
- Digestion unit MICRO 24 tubes. 4001048
- Digestion unit MICRO 40 tubes. 4001049

Smokes removal aids:

- Scrubber. 4001611
- Water circulation vacuum pump. 4001612



2 Safety

PRO-NITRO "M" unit has the suitable measures for its use in laboratory. However, the nitrogen analysis by the Kjeldahl method can be hazardous and the user must be informed of some of those risks.

In order to be respected, across this manual, the risk of danger situations are remarked.

2.1 Safety symbols

It identify the risk and the safety actions to be applied.

The symbols make reference to the paragraph marked with a grey line.



Warning

Warning of a dangerous operation.

Indicated instruction must be followed.



Hazard of contact with corrosive substances

Hazard of contact with sodium hydroxide and strong acid, substances that attack skin, clothes and other materials easily.

Follow the instructions for the describe operation.



Hazard of electrical shock

Electric hazard for entering in areas marked with this signal, or for following the manual instruction signaled by this icon.

Follow the instructions for the describe operation.



Hazard of burns to be in contact with hot surfaces

Temperature in this area can exceed 60°C. Use heat protected gloves for the described action.

Follow the instructions for the describe operation.



Wear gloves mandatory

The use of gloves is obligatory to run the operation.

In the section «Accessories» an advised model is indicated.



Mandatory use of safety glasses

The use of safety glasses or complete face protection is obligatory to conduct the described operation.

In the section «Accessories» an advised model is indicated.



Important information

- Information important to obtain good results or for an optimal operation of the equipment.
- Information important to extend the life of the equipment or to avoid the degradation of some of its components.

2.2 Risks which the operator is subjected to

The process of determination of Kjeldahl Nitrogen with the described equipment exposes to the operator to the following situations of risk:

- Manipulation of concentrated sulphuric acids and Hydrochloric.
- Sodium manipulation Hydroxide 40%.
- Manipulation of glass parts.
- Possibility of touching parts to a temperature above to 60°C
- Possible exhibition to irritating acid steam.
- Electrical risk.

2.3 Personnel training

This equipment must only operated by personnel trained a suitable qualified to work in a chemical laboratory and its common hazards.



This equipment must only operated by personnel who have read and understood this manual or have been qualified on its manipulation and operation.

2.4 Proper uses of the equipment

This equipment is for laboratory use, for sample distillation by steam pulling. Mainly in Kjeldahl nitrogen analysis.

The improper use of this unit (not following manual instructions) can endanger the protection prepared by the equipment.

Do not use to distillate explosive or flammable substances.



This equipment is not designed and not manufactured to work in an explosive ambient area.

2.5 Modifications

The operation modification or the manipulation of the safety systems unauthorized by the manufacturer, could expose the operator to hazards not indicated in this manual.



3 Working principle overview

The PRO-NITRO M is a steam distillation unit, designed, mainly for, protein determination according to direct Kjeldahl Nitrogen method.

It provides a sample steam distillate and an alkali adding in safety way.

The unit has the following systems:

The steam generator

Generates steam from the water reservoir placed at the top of the unit.

The steam generator includes two safety devices:

- Safety thermostat: Cuts the electrical power to the heater when overtemperature is detected on the steam generator. (Probably for poor level of water)
- Pressure switch: Cuts the electrical power to the heater when there is an overpressure on the steam generator.

Also includes a conductivity sensor to keep a constant level of water in the steam generator.

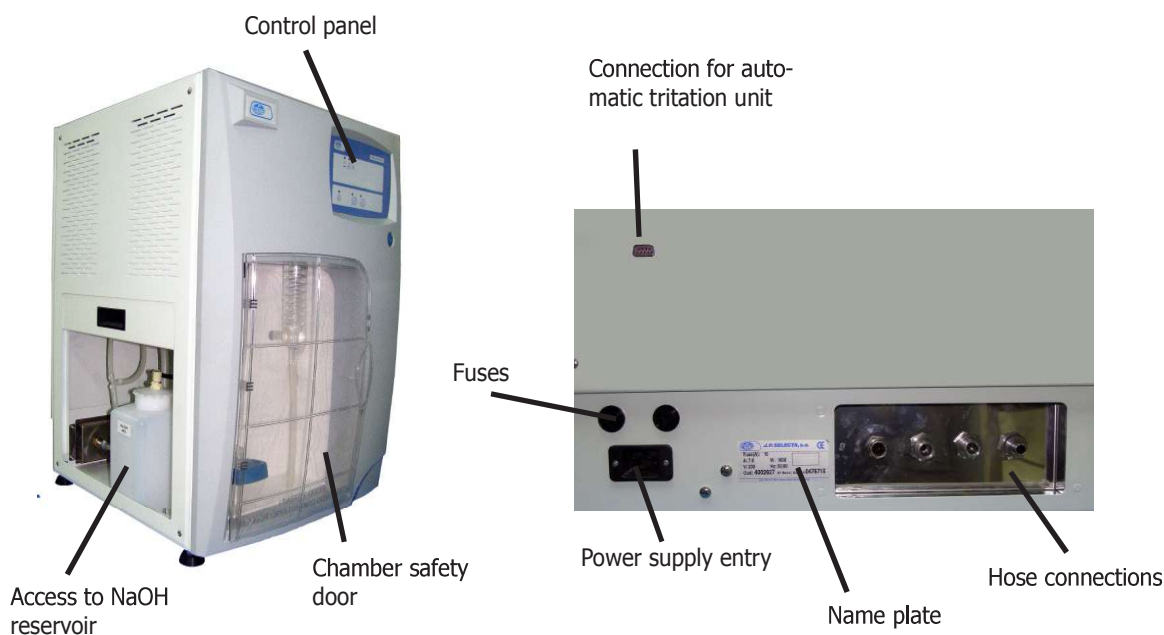
The distillation circuit

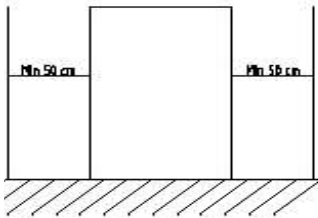
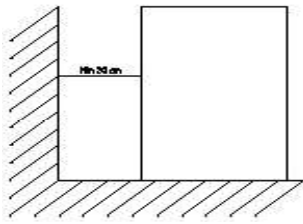
It is made, mainly, by two glassware parts:

- The splash protector: Its special design avoids that NaOH splash reach the cooler glassware.
- The cooler: It condensates the steams that are leaking from the sample. This glassware is cooled by a water circuit that comes from an external tap. An internal valve opens and closes this circuit automatically.

NaOH addition system

Composed by a properly specified pump to dispense NaOH directly to sample tube when distillation is running.





4 Installation

Once the unit is unpacked, visually check, the packing list (See 1.1) and that there are no parts damaged during transportation. Save the packing for some days for later sending.

4.1 Suitable location

Place the unit over a flat level and stable surface, suitable for the unit weight.

No longer that 1.5m from a water tap, waste output and power supply plug.

To work comfortably, let a free space of 50cm on each side and not least than 20cm on the rear part.

Prepare to refill the water reservoir from the top of the unit.

4.2 Connection to power supply

Locate a power supply socket (Rated to 16A) near to the unit.

Use the power cord supplied or another of similar specification.

For safety reason the socket must have ground terminal, since the unit must work grounded.

Before to plug on the socket check that its voltage match the voltage marked on the unit plate.



4.3 Connection to tap water and waste

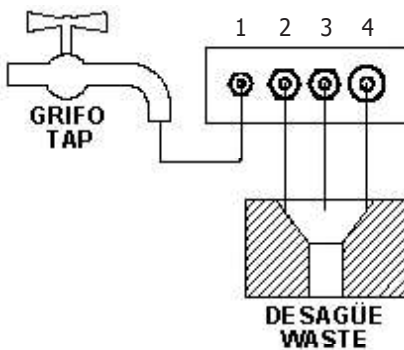
Connect the water entry hose to a water tap (1). Connect the water output hose from (2) to waste.

The hoses «remaining steam» (3) and «Steam generator empty» (4) must go to waste.

Do not forget the rubber white nuts on the hose's connections.

Press plastic connections by hand. Do not use any tool.

The tap water must have, at least, 1 bar pressure.



Note: It is critical in order that the unit works properly, the hose «Remaining steam» (3) MUST NOT BE IMMERSed under water, or blended or blocked by any reason.

4.4 Water for steam generator

The unit includes a 6 litres water reservoir, at the top, to store the water for the steam generator.

As the system used to control the level of water on the steam generator works by conductivity, water of at least 20 microSiemens must be used. Water also must have a low content of calcium to increase the life of the steam generator.

Water with this conductivity could be obtained from a demineralised unit. If conductivity is low, add near 50mg of salt (NaCl o Na₂CO₃) for 10L. of water.



4.5 Connection to automatic tritator

The unit includes a TTL level output to connect it to an automatic tritator as the DL22 from METTLER TOLEDO.

Once the distillation step finishes the PRO-NITRO «M» sends a signal to the tritator in order to initiate the tritation. See chapter 10.



Moment indicator : «ON»



5 Operation

The control panel allows function selection and shows the distiller alarms status.

Once the unit is plugged in, put it on, by pressing the main switch. The unit goes to stand by status (ON).

Note: If main switch is pushed consecutively with an interval of less than 3 seconds, the unit could start in abnormal mode. So wait few seconds to restart the unit.

5.1 Insert/ Remove the sample tube

- Insert the tube starting to introduce the PTFE tube.
- Push down the fixing lever.
- Close the safety door.

Proceed similar to remove the sample tube.



CAUTION

Wear Anti-acid, Anti-thermal gloves.

**The white PTFE tube could have rest of Sodium hydroxide or Acid.
The sample tube's temperature is over 60°C after distillation.**



NaOH preselection

5.2 Adding NaOH

There are two modes for the NaOH adding function:

Note: The NaOH adding function is inhibited when there is no sample tube.

Automatic addition

On this mode, the NaOH volume is pre-selected before to start distillation.

The pre-selected volume will be dispensed, automatically, few seconds after distillation starts.

With the unit on stand-by status (Not distilling) keep pressed the «NaOH» key until it makes a different number of beeps that indicates the NaOH volume to be added. Release the key once you hear the number of beeps that you want.

Approximately each beep means 25ml.

Note: The NaOH volume set, is stored, only, until the unit is ON. Volume must be set again if the unit is switched off.

Note: The NaOH volume is set by "working time" of dosing pump. This means that the volume is only approximated, and could change with temperature, NaOH concentration and pump life time.



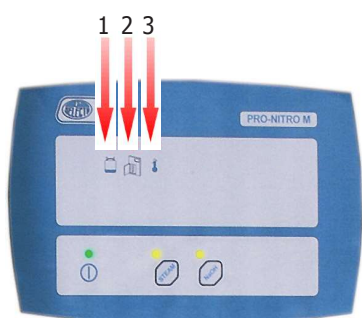
Manual NaOH
adding during distillation



Start / Stop distillation

To change the distillation time, keep pressed the "STEAM" key during 5 seconds:

- 1 beep: time is 6 minutes.
- 2 beeps: time is 8 minutes.



Alarm signals

Manual addition

During distillation NaOH could be added on the sample. For it, just push the «NaOH» key. A volume of around 25ml will be dispensed.

Note: Wait until the dispensing is finished before to push «NaOH» for another dispensing.

5.3 Distillation

On pushing the «STEAM» key the unit starts the sample distillation.

When an automatic addition of a NaOH volume has been set, it starts after a few seconds.

Approximately after 30s the sample starts to boil and the steams are driven to the cooler for its condensation. The distilled is collected on the Erlenmeyer.

Generally speaking it is accepted that once 150ml of distilled are collected distillation will be finished.

(50ml of Boric + 150ml of distilled; **Total:** 200ml)

Push «STEAM» to stop the distillation.

Note: Distillation stops automatically after 8 minutes (approx. 200ml of distilled). But it is suggested not to leave the unit unattended.

Note: By Keep pushed the key "STEAM" for 5 seconds, the distillation time is modified from 8 to 6 minutes. (It must be selected again when the unit is disconnected)

5.4 Alarms

To avoid dangerous situations for the operator or to protect the unit life, it includes some safety systems and some alarms:

(1) Alarm: «No water for steam generator»

- If the lamp (1) lights on sporadically : This means that water level control have detected a low level of water on the steam generator and automatically starts the water pump to get the suitable level of water.
- If the lamp (1) lights on permanently: This means that water level control have detected a low level of water on the steam generator for a long time and it automatically refills with water. This situation stops distillation. Probably the water reservoir is empty

(2) Alarm: «Safety door open or tube not present»

This red lamp lights on when the safety door is open or if there is no sample tube inserted on the unit.

This alarm inhibits the distillation and the NaOH adding.

(3) Alarm: «Overtemperature» on the steam generator

This red lamp lights on when an overtemperature on the steam generator has switched the safety thermostat.

It inhibits all distiller functions. And cuts the power supply to the heating element.

Once it is switched, it must be left to get cool for some minutes. Solve the problem that causes the switching and rearm the safety thermostat by pushing the central button. The safety thermostat is located on the electrical box, right hand side cover must be removed to get it.

The safety thermostat switching is due to low level of water on the steam generator, probably because the water reservoir is empty or due to water pump malfunction.

6 Sample distillation

To get good analysis' results and a good performance of the distiller it is suggested to follow a working routine.

6.1 Check levels of tanks

Before starting a batch analysis, check the following levels:

Steam generator water tank level

Refill it with demineralised water.

If the conductivity is low, add about 50mg of Salt (NaCl or Na₂CO₃) per 10 L. of water.

The water reservoir is 6 litres capacity, enough for analysing more than 20 samples.

Level of NaOH

Refill with NaOH 40% from the 2 litres flask. It is placed inside the unit.

Get the NaOH flask from the door placed on the left hand side cover.

The NaOH solution must be free of ammonia salts, to avoid its interference on the result.



Boric acid preparation

Prepare enough quantity of Boric acid 4% with mixing of indicators. Remember that a volume of 50 ml will be used on each distillation.

Tritation reagent preparation

Prepare enough quantity of tritration reagent, usually HCl or H₂SO₄ 0.25 Normality.

Note: See chapter 7 about the reagents.

Note: The precision of the results are affected directly by the precision of the acid normality used for tritration. **This is a common cause of error**, because, along the time, opened bottles tends to increase its normality.

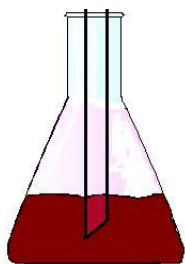


Also, often there are errors in concentration calculation to prepare the acid for tritration.

6.2 Unit warm-up.

In order to get the best results with your Kjeldahl distiller, you have to run a warm-up step before starting samples' analysis. For it just insert a sample tube with 25ml of clean water and let distillate around 5 minutes. (Put an Erlenmeyer flask on the cooler output)

Run also this warm up, if the unit has been 2 or 3 hour without working.



Check the tube output is immersed under Boric's level.



6.3 Distillation.

Please follow these steps (on the same order as indicated):

- Open the safety door.
- Place an Erlenmeyer flask with around 25ml with some drops of indicator mix under the cooler output. **Check the tube output is immersed under the Boric's level.**
- Insert the sample tube.
- Pre-select the NaOH volume.
- Push «START»
- If necessary, more NaOH could be added to the sample by pressing «NaOH» button.

Visual Checking: When the NaOH volume is sufficient, the sample becomes blue. (If not, add more NaOH)

- Once 200ml of distillate are obtained on the Erlenmeyer (50ml Boric + 150ml of distilled press «START» button to stop the distillation.
- Open the safety door.
- Remove, first, the sample tube.
- Remove the Erlenmeyer. (wait drip)

6.4 Titration

Prepare the titration burette with the reagent usually HCl 0.25N.

Slowly dispense the HCl 0.25N on the Erlenmeyer stirring it at the same time.

Titrate until the colour changes (end point at pH 4.65).

6.5 Protein contents (%) calculation.

From the HCl volume (ml) consumption on the titration the Kjeldahl Nitrogen (mg) is calculated:

$$\text{Nitrogen (mg)} = 14 \times \text{Volume}_{\text{HCl}} \text{ (ml)} \times \text{Normality}_{\text{HCl}}$$

And, from the nitrogen we calculate the sample protein content:

Main protein factors

Almonds	5,18
Nuts	5,30
Nut-peanuts, nuts Brazil	5,41
Jello	5,55
Soya	5,71
Cebada, avena, centeno	5,83
wheat, whole flour	5,83
Flours (except the whole)	5,70
Rice	5,95
Corn	6,25
All the other foods	6,25
Saved	6,31
Milk and milky products	6,38

$$\% \text{ Protein} = \frac{P_2}{P_0} \times 100 \times F$$

P2: Nitrogen (mg).

P0: Sample weight (mg).

F: Protein factor.

7 Reagents

The reagents to be used must be free of ammonia.



7.1 Prepared reagents

The best thing is to use reagents factory prepared, mainly the HCl for titration. Any error on its preparation have a direct influence on the result.

As an example the following reagents could be used, or the equivalent one in other brands:

Boric acid 4% (For ammonia titration)	RV	PANREAC 282222
--	----	----------------

Mixed indicator 5 (Red of metile + Green Bromocresol)	RV	PANREAC 283303
--	----	----------------

Mixed indicator 4,4 (Red of metile + Blue of metilene)	RV	PANREAC 282430
---	----	----------------

HCl 0.1N		PANREAC 171023
----------	--	----------------

HCl 0.25N	SV	PANREAC 182318
-----------	----	----------------

H ₂ SO ₄ 0.1N	SV	PANREAC 181061
-------------------------------------	----	----------------

H ₂ SO ₄ 0.2N	SV	PANREAC 182011
-------------------------------------	----	----------------

Acetanilide 99% (Validation standard)		PANREAC 151005
---------------------------------------	--	----------------

Ammonia sulphate (Validation standard)		PANREAC 131140
--	--	----------------

Kjeldahl Catalyst 6.25% Cu tabl. 8g		PANREAC 174428
-------------------------------------	--	----------------

7.2 Proper reagents set up

As it is usual on most laboratories, the reagents to work with PRO-NITRO «M» could be prepared starting from concentrated ones.



The NaOH 40%, acid Boric 4% are not critical on the concentration and it is not necessary to work with precision.

Reagents for titration (HCl or H₂SO₄) must be high precision and calculation must be accurate. Any error on its preparation has a direct influence on the result.

8 Checking the distiller (OQ)

Once the unit is properly installed and the operator has acquired the knowledge to work with it. The unit must be checked.

This process is known as Operation Qualification.

There are four basics checking to do:

8.1 Functional checking

Run this checking after installation and also for some maintenance.

Follow the instructions given on the chapter 5 to distillate for 5 minutes.

Verify the distillation rate. When the unit is at steady state distillation rate is between 30 - 40 ml per minute.

8.2 Checking Nitrogen Recovery.

This checking is widely used to certify that the unit works properly. Run some of these tests for training purposes.

It consists to prepare some samples that have a known Nitrogen content. It is distilled, titrated and the nitrogen detected is calculated.

The rate (%) of nitrogen detected versus the sample Nitrogen content gives us the **Nitrogen Recovery**.

To allow this checking, a 100gr ammonia sulphate flask is delivered together with the distiller.



- Weight around 100mg (50mg reagent 0.1N) of ammonia sulphate. The exact weight will be P_0
- The exact quantity of Nitrogen is: $P_1 \text{ (mg)} = P_0 \times 0,212$
- Distillate adding 25ml of NaOH
- Once distilling and titration, see 6.5, we obtain the detected nitrogen (mg) : P_2

$$P_2 \text{ (mg)} = 14 \times \text{Volume}_{\text{HCl}} \text{ (ml)} \times \text{Normality}_{\text{HCl}}$$

- The recovery is calculated: $R(\%) = P_2 / P_1 * 100$
- Acceptable values are from 99.0 to 101.5 %.

Note: Some literature sets that the acceptable values for recovery must be above 99.5%. To get this result you must work with high precision and use reagents with high degree of purity.

8.3 Blank test.

This checking must be run on each batch in order to quantify the absence of ammonia on the reagents.

It consists on distilling and titrating a sample of 25ml of distilled water.

Add 15ml of NaOH on the distillation.

Run some blank tests in order to get a constant value of blank. If this value is repeated it could be subtracted from the detected Nitrogen.

8.4 Checking Nitrogen recovery with Acetanilide.

This test is widely used to certify the whole Kjeldahl analysis process, including the digestion, distillation and titration steps.

It consists in preparing some samples that have a known Nitrogen content. The samples are digested, distilled, titrated and the nitrogen detected is calculated.

The rate (%) of nitrogen detected versus the sample Nitrogen content gives us the **Nitrogen Recovery**.

To run this test Acetanilide is used.

Preparing the sample:

Nitrogen content of an acetanilide sample:

Formulae: C_8H_9NO

Molecular weight: 135.17

Factor: $14 / 135.17 = 0.1035$ mg of Nitrogen = $0.1035 * \text{mg Acetanilide}$.

- Weight around 250mg (100mg) of acetanilide. The exact weight P_0
- The Nitrogen content is: $P_1 \text{ (mg)} = P_0 \times 0,1035$

Sample digestion:

- Place the acetanilide on a MACRO tube, add 10ml of Sulphuric acid 98% (Example PANREAC 173163) and one tablet of Kjeldahl catalyser.

- Digest at 400°C for 1h. (The result must be a transparent blue liquid)

- Let cool at ambient temperature. Add 25ml of distilled water on each tube. Operate with caution to avoid splash. Water reaction over the sulphuric acid could be violent.



Distillation:

- Distillate by adding 75ml of NaOH. Use HCl 0.25N (0.1N) for titration.

- Once sample is distilled and titrated following chapter 6, the detected Nitrogen is calculated as: P_2

- Recovery is calculated as: $R(\%) = P_2 / P_1 * 100$

- Acceptable recovery is from 99.0 to 101.5 %.

Note:

If MICRO size tube is used, weight 0.3g of acetanilide, add 5ml of sulphuric acid, and one tablet of Kjeldahl catalyser. On the dilution add 10ml water.

Distillate for 6 minutes adding 25ml of NaOH.



Note:

Some literature sets that the acceptable values for recovery must be above 99.5%. To get these results you must work with high precision and use reagents with high degree of purity.



Clean regularly rest of NaOH between the closing joint and the splash protector.



Clean periodically the NaOH tank hose connector.



9 Maintenance

The distiller PRO-NITRO M uses NaOH and concentrated acids for the analysis process. These substances are very aggressive and will degrade some parts of the unit.

To avoid derating and increase distiller's life a suitable cleaning routine should be done.

9.1 Cleaning the unit:

9.1.1 Clean the distillation circuit:

After any session of analysis, distillate around 50ml of water for 5 minutes in order to remove any rest of NaOH on the distillation glassware.

9.1.2 Cleaning the chamber:

The chamber is protected with a chemical resistant coating. But it should be cleaned, daily, to increase its life.

Use a well damp cloth to clean the chamber and its components to remove any rest of NaOH.

Clean the tray with abundant water.

9.1.3 Cleaning of closing joint.

Near each three months clean, with water, the possible rest of NaOH observed on the closing joint.

Extract the closing pulling it and turning it downwards.

9.1.4 Cleaning the NaOH hose connection.

Weekly clean with a wet cloth the NaOH tank hose connection.

9.1.5 Cleaning the steam generator (weekly)

Switch off the equipment. Open the «Steam generator drainage valve» and wait till it will be completely empty. Close the valve and start the equipment. See how the steam generator is filled in chapter 4 of this manual.

9.2 Hose inspection (weekly)

Visually check the hose condition and its connections to components.

To avoid premature derating of the unit due to liquid leakage, replace as soon as possible any hose that have any leakage or damage.

9.2.1 Hose replacing:

Take these cautions to hose replacing:

- Unplug the unit from the electrical power supply.
- Try, as you can, (See 9.3) that the hose to remove is empty.
- Use only tubes material as indicated on 11.2.
- Use clamps as is factory assembled.
- Once the hose is replaced, it must be checked for leakages.

9.3 Preparing the unit for shipping or storing.

Once the unit has been used with NaOH, proper actions should be taken for its transportation or storing.

Initially clean the unit according to chapter 9.1



9.3.1 Remove completely the NaOH from the unit:

- **Clean the NaOH tank:**

Remove the NaOH 2 litres tank from the unit.
Clean it with abundant water for some minutes.

- **Cleaning the NaOH dosing circuit:**

Fill the NaOH 2 litres tank with water.
Connect to NaOH circuit.

Insert a MACRO tube on the unit. Push «STEAM» then, push «NaOH» several times. Remove the MACRO tube when filled. Insert an empty one up the 2 litres of water have circulated across the NaOH dosing circuit.



CAUTION

**The NaOH is very corrosive for the skin
Use chemical resistant gloves.
Take proper cautions procedures for NaOH handling.**

9.3.2 Remove completely the water from the unit:

- **Emptying the water reservoir and the steam generator:**

1. Open the tap (4).

2. Start the unit, push «STEAM» and then wait that the water pump empties the water reservoir.

- **Emptying the water from the cooling circuit.**

1. Disconnect the hose for water **entry** from the tap water.

2. Switch ON the unit and push «STEAM»

Note: From this point actuate in a fast way to avoid overtemperature on the steam generator.

3. Blow for the end of the **output** coolant water. The water will **come out** on the end cap of the **water in** hose.

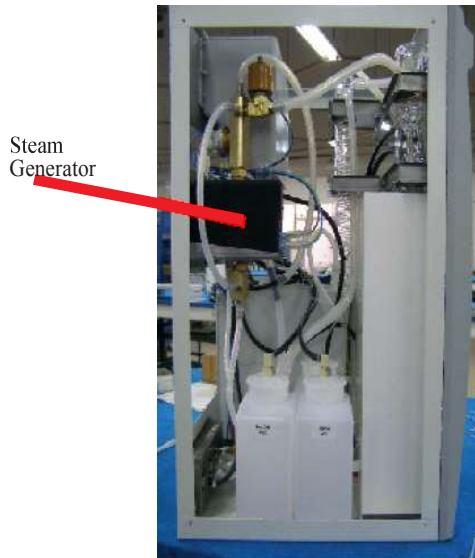


CAUTION

Do not ship off the unit if NaOH and water have not been completely removed.

During transportation NaOH or water leakages could fall over important components and cause severe damages.

During transportation NaOH or water leakages could fall outside of the package.



Steam Generator

9.4 Level sensor cleaning

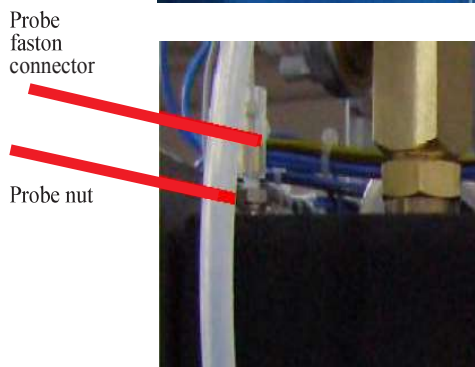
Inside the steam generator a constant water level is necessary.

To provide this water level there is a conductivity based level probe (a steel rod) that when it loses contact with the water, it shows a high resistance to the electronics and then the microprocessor orders the water pump to feed the steam generator with water from the reservoir up to the probe level.

After some time working with this unit (some months), some residues are settled on the probe causing a malfunction.

Effects of this problem:

The residues short-circuit the path between the probe and the steam generator walls (connected to earth) and so the sensor shows a LOW resistance to the electronics. It is the same signal as if the steam generator has the correct water level. This makes that the microprocessor does not supply water and this will probably cause the safety thermostat action.



Probe faston connector

Probe nut

This means that the probe must be removed and clean. You will need a cross screwdriver and a 12mm spanner and a 19mm one.

The cleaning frequency depend on two factors:

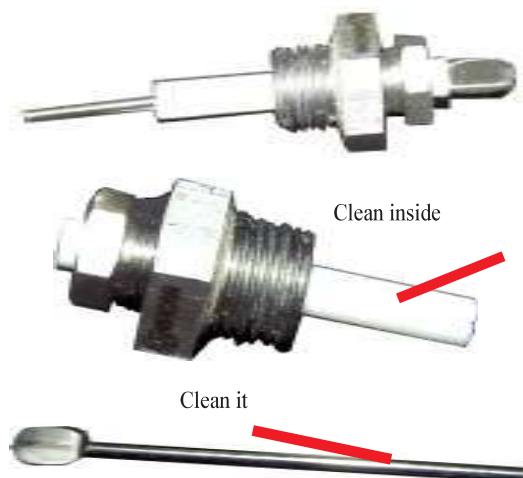
- The hardness of the water used.
- The usage of the unit.

As a general rule, please do it every **6 months**.



Probe 19mm nut

- Remove the left hand side cover (6 screws).
- Locate the steam generator.
- Unplug the probe connector (white cable with FASTON connector).
- Unscrew the sensor with the 19mm spanner.
- Unscrew the probe with a 12mm spanner.
- Remove the steel rod from the PTFE (white part).
- Clean the steel rod and the white PTFE part from the calcium deposits. Use diluted HCl or any home cleaner product for calcium deposits.
- Assemble it again.



Clean inside

Clean it

10 Technical specification

Mains voltage:	230V/50/60Hz (See plate) Other power supply voltages could be available (Ask to your dealer)
Electrical power:	1900W (See plate)
Maximum consumption:	8.5 A
Fuses:	10 A fast. dimensions: 20x5 mm
Power supply cord:	Phase, Neutral, Earth (section 1mm ²)
Weight (Net):	35 Kg
Dimensions: W x L x H	500 x 490 x 740 mm
Water reservoir volume:	6 litres
NaOH tank volume:	2 litres
Nitrogen recovery:	>99,5%
Detection range:	0.2 a 200 mg
Reproducibility: Relative Standard deviation)	< 1%
Distillation rate:	approx. 30 / minute
Short distillation time:	6 minutes, approx 150ml.
Long distillation time:	8 minutes, approx 200ml
Cooling water entry connector:	3/4"
Cooling water output connector:	3/4"
Remaining steam output connector:	3/4"
Dosification for NaOH pump:	from 0 to 100 steps of 20ml
Sound level:	Lower than 60 dBA
Ambient conditions:	Inner use. Altitude up to 2000m Temperature from 5°C to 40°C. Relative maximum damp 80%for above 31°C temperatures, decreasing lineally to 50% for 40°C.
Overvoltage category:	Category II
Pollution degree:	2
Glass material:	Borosilicate 3.3
Door and front material:	ABS injected
Carriage material:	Iron with overlap
Chamber material:	Aluminium with RILSAN coating chemical resistant.
Steam generator material:	Stainless steel.
Hosepipe material:	Silicone, synthetic fluorated elastomer.
Connection for an automatic titrating:	TTL outlet (from 1 to 10) in Pin 1 of 200ms to indicate the titrator the end of distillation. Ground in Pin5.

11 Technical service

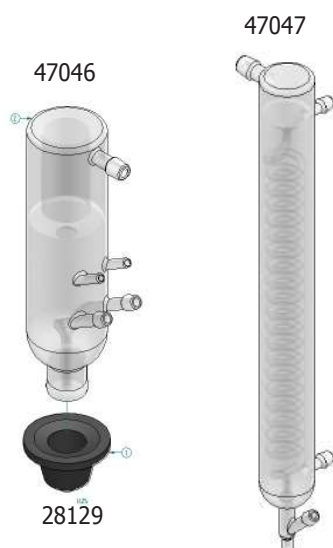
For repair and substitution of deteriorated parts please contact J.P. SELECTA S.A. or its distributor. They will inform you about the technical services authorized in your area.

Find a spare parts list for easy buying and identifying.

11.1 Spare parts



32052



47046

47047

28129



24218

- 16087** Electrovalve N. A.
- 16067** Water electrovalve.
- 24278** KNF pump (NaOH)
- 24218** Water pump.
- 28129** Lockgum.
- 28403** Shelf.
- 32052** Steam generator 1800W.
- 47046** Splash protector.
- 47047** Refrigerant.
- 47259** Anti feedback valve.
- 29512** Relay electronic plate.
- 29519** Monitoring panel electronic plate.
- 29530** Level

Hoses:

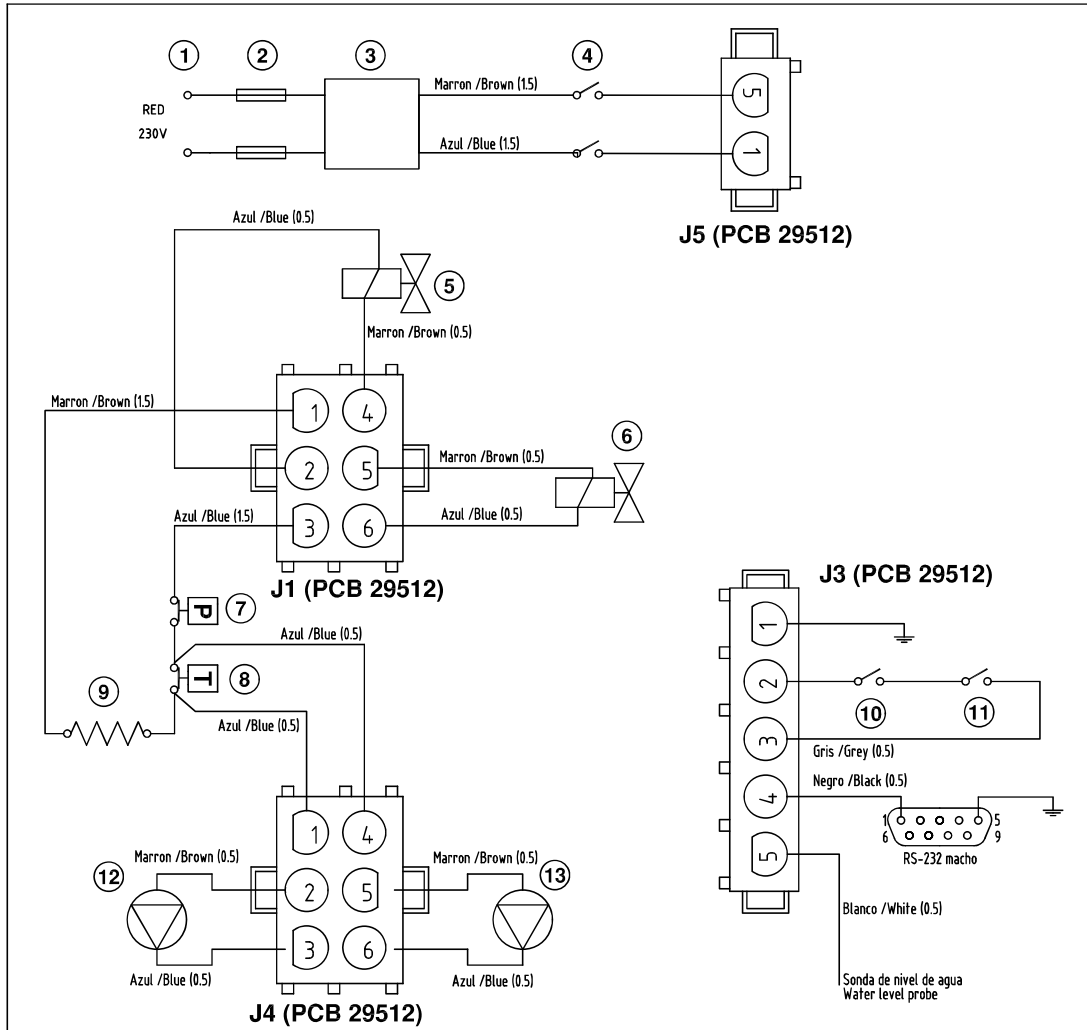
- | | | |
|--------------|---------------------------------|------------------------------|
| 46030 | Teflon tube 8x10 | Tube immersed on the sample. |
| 46041 | Silicone tube 8x14 | Water and Steam. |
| 46042 | Silicone tube 6x10 | Water and Steam. |
| 46143 | Pressure hose | Tap water entry. |
| 46085 | ISO VERSINIC Black 12x17 | Distilling Glassware joint. |
| 46139 | ISO VERSINIC Black 6x10 | NaOH. |



WARNING

Before any work inside the equipment disconnect it from the mains.

11.2 Wiring diagram

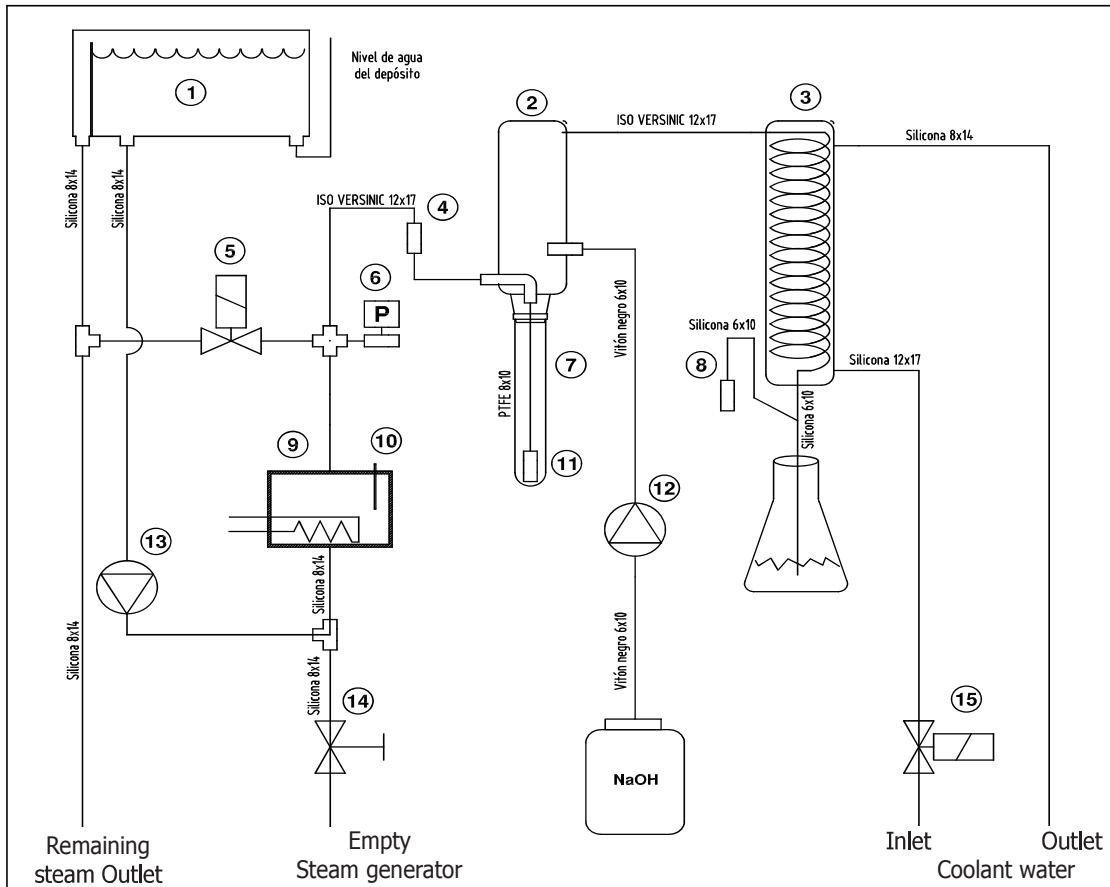


Rev	Fecha	Descripción
A	24/05/2018	Modificados componentes varios (IM:01016)

Lista de componentes

Número	Código	Descripción	Modelo	Cant.	Artículo
1	7172	BASE ENCHUFE 16A		1	
2	15318	PORTAFUSIBLE (16A)	+ FUSIBLE 5x20 10A	2	15551
3	45022	FILTRO DE RED		1	
4	20092	INTERRUPTOR BIPOLAR	ARCOLECTRIC C8250AA	1	
5	16087	ELECTROVALVULA AIREAR (N.A.)		1	
6	16067	ELECTROVALVULA AGUA (N.C)		1	
7	16340	PRESOSTATO LIMITADOR	901.63 25-100 mbar	1	
8	43031	TERMOSTATO DE SEGURIDAD	EGO 55.134.22.030	1	
9	32052	GENERADOR DE VAPOR	1800W 230V	1	
10	20097	MICROINTERRUPTOR PUERTA		1	
11	20093	MICROINTERRUPTOR BRAZO TUBO	MARQUARDT 1006 - 1401	1	
12	24218	BOMBA AGUA		1	
13	24278	BOMBA NaOH		1	
14	29512	PLACA DE RELES PRO-NITRO M	230V	1	
15	29519	PLACA DE TECLADO PRO-NITRO M		1	

11.3 Hydraulic wiring diagram



Lista de componentes

Número	Código	Descripción	Modelo	Cant.	Artículo
01	284.05	DEPOSITO 6L	ABS	1	
02	4.7046	PROTECTOR ARRASTRE	BOROSILICATO	1	
03	4.7047	REFRIGERANTE	BOROSILICATO	1	
04	4.7259	ANTIRETORNO	BOROSILICATO	1	
05	16087	ELECTROVALVULA NORMALMENTE ABIERTA		1	
06	16340	PRESTOSTATO 25-100 mBar	901.63	1	
07	-	TUBO MUESTRA		1	4042300
08	28291	VALVULA ANTISUCCION	KARTELL KA461	1	
09	32052	GENERADOR DE VAPOR 230V 1800W		1	
10	-	SENSOR DE NIVEL		1	
11	28215	DIFUSOR DEL VAPOR	PTFE	1	
12	24.278	BOMBA DOSIFICACION NaOH		1	
13	24.218	BOMBA ALIMENTACION DE AGUA		1	
14	5665	VALVULA MANUAL DESAGUE	INOX	1	
15	16067	ELECTROVALVULA ENTRADA AGUA		1	

12 Kjeldahl analysis step by step

12.1 Sample preparation

- Triture, homogenize and mix the sample.
- Weight between 1 and 2 grams of the sample.
- In low nitrogen content sample, (waste water, etc...) take enough samples to get 5mg nitrogen.



12.2 Digestion

- Add between 10-15ml (macrotube) of H_2SO_4 (for microtube maximum H_2SO_4 is 5ml).
- Rig up a system for smoke extraction or scrubber with NaOH.
- Make this digestion in 3 steps:

1. In function of the level of water in the sample. Begin digestion at 150°C for 20 or 60 minutes.
2. Make a second step by 280°C for 30 minutes to reduce white smoke production.
3. Continue the digestion with 400°C for 60 - 90 minutes.

Visual checking: the result is a neat transparent liquid with a clear blue coloration or green or yellow depending on the catalyser used. It must not still black rests stuck on the tube's wall.

Note: During digestion you must control foam production in the samples. If there is too much foam, length step 1.

12.3 Dilution

- Take out the sample tube off the digester block and let it cool to ambient temperature.
- Add about 25ml of water in each tube (10ml for microtube).
- Slow add water, moving the tube to not let solidify the sample. Heat the tube if necessary.(e.g. introducing the tube into the digester block)
- Let it cool again.
- To avoid nitrogen loss and violent reactions do not introduce the hot tube inside the distiller.



12.4 Distillation

- Check the tank level of NaOH and Boric acid. Check the dispensing bombs are primed and give the correct volume.
- Put a 250ml Erlenmeyer in the outlet cooler with 50ml Boric acid and some indicator drops.
- Program a 50 to 75 ml NaOH dosage (25ml for microtube).
- Insert the tube with the sample in the distiller.
- Distillate till recollecting 250ml in the Erlenmeyer (50ml Boric acid+200ml of distillate).

Visual checking: Once the NaOH has been added, the sample must get a blue coloration, if not add more NaOH.

12.5 Titration and calculations

- Titrate the distilled with HCl or H_2SO_4 0.1 or 0.25 N till colour changes. (end point: pH 4.65)
- Calculate: mg of Nitrogen = $14 * Volume_{HCl} * Normality$
- Calculate protein contents correct with the right factor based on the sample nature. (6.25 default value)
- Periodically make a blank test and subtract it from the result.

13 Guidelines for IQ y OQ

Some laboratories need the installer make an IQ document to certificate the good installation of this equipment. As well as an OQ document to certificate the good working of this equipment.

The installer can elaborate those documents following the examples:

Checking list for IQ (Instalation Qualification):

- Installer name.
- Manufacturer name:
- Unit identification: Code, model and serial number.
- Unit location: Laboratory, Person in charge.
- Checking packing list:
- Unit location matches the requirements?

Water and electricity requirements are suitable?

- Electrical supply.
Socket:
 - Ground terminal?
 - Suitable to power consumption. (16A)
 - Voltage according plate $\pm 10\%$
- Water connection.
 - Water pressure bigger than 1bar.
 - Hose to waste are properly fixed and not blocked.
- Water from steam generator: Low level of calcium, conductivity above 20 MicroSiemens.
- Personnel training: Operator personnel understand the instruction manual?.
- Date and name of who has made the Instalation (Signed).

Checking list for OQ (Operation Qualification):

- Installer name.
- Manufacturer name:
- Unit identification: Code, model and serial number.
- Unit location: Laboratory, Person in charge.
- Check the equipment distillate correctly. See: 8.1
- Check nitrogen recuperation with ammonia sulphate sample. See 8.2.
Note : ammonia sulphate weight, HCl normality, HCl consumption and obtained recovery.
- Check the white test See: 8.3
Note: Ammonia sulphate weight, HCl normality, HCl consumption and obtained recovery.
- You can check the nitrogen recovery with acetanilide sample. See : 8.4.
Note: Acetanilide weight, HCl normality, HCl consumption and obtained recovery.
- Date and name of who has made the Installation (Signed).

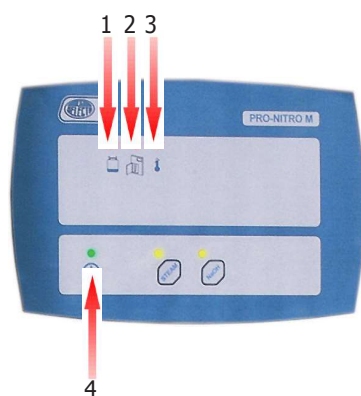
14 Warranty

The warranty covers the defective components or faulty assembling of the unit for 1 year since the purchasing date.

Keep purchasing bill as the only valid document for the purchasing date.

The warranty does not cover the damages caused for a unit malfunction. The unit must be suitably qualified before to be used for valuable samples processing.

Return good are not accepted without previous J.P. SELECTA, s.a. approval.



15 Troubleshooting table

- **The green indicator «ON» does not light.**

Check fuses and wiring connections cables.

Check main switch.

- **The equipment still adding water till it breaks out of the sample.**

The equipment do not detect the water level for low conductivity. Add about 250ml of tap water in the water tank.

Check the cable (white) of the level probe of the steam generator.

- **At the end of distillation, the sample tube content is absorbed to the steam generator.**

Check the steam hose is not obstructed.

Locate the aerated electrovalve:

Check it actives, check the voltage with a tester (230V).

Check (detaching it) it is not obstructed.

- **The alarm (2) for hose presence and lock door is always warned and block the unit running.**

Check the door is correctly closed.

Check the microswitches are o.k. (you will hear a click) when you close the door or lower the lever.

Check the cable (grey) continuity.

- **The refrigerating water does not enter:**

Check the tap is open.

Locate the refrigerating water input valve, check the voltage with a tester (230V). If there is voltage and the valve does not open knock it. That is due to a small lime rest blocking the water pass. If knocking is not enough, detach the valve to clean the water pass.

- **Security thermostat alarm warned and the equipment is blocked.**

This alarm warns when there is an excessive temperature in the steam generator. In this case the heating element stay disconnected by the thermostat and the control electronics block all the unit functions.

To rearm the thermostat, wait some minutes to let the temperature of the generator falls down to more normal level, and pulse the rearm switch.

The cause of the thermostat disconnection is that the steam generator lack of water. Check the hydraulic wiring to generate water, tank, pump, hoses and level probe.