



**DOSI-FIBER 4 PLAZAS / 4 UNITS**

**4000599**

**DOSI-FIBER 6 PLAZAS / 6 UNITS**

**4000623**

**EXTRACTOR PARA LA DETERMINACIÓN  
DE CELULOSA Y FIBRAS**

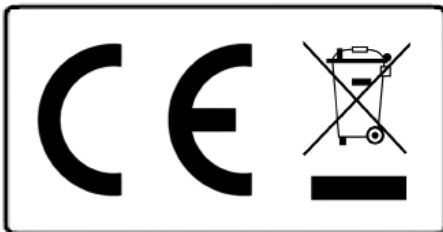
***CELLULOSE AND FIBER DETERMINATION EXTRACTOR***

## INDICE

INFORMACIÓN GENERAL	3
LISTA DE EMBALAJE	3
ACCESORIOS	4
ESPECIFICACIÓN TÉCNICA	4
DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO	4
INSTALACIÓN	5
OPERACIÓN	6
MANTENIMIENTO	8
GARANTÍA	8
NOTAS DE APLICACIÓN	8

## INDEX

GENERAL INFORMATION	20
PACKING LIST	20
ACCESSORIES	21
TECHNICAL FEATURES	21
EQUIPMENT DESCRIPTION	21
INSTALLATION	22
OPERATION	23
MAINTENANCE	24
GUARANTEE	25
APPLICATION NOTES	25



### 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 ayuntamiento de la ciudad para obtener más información.





## INFORMACIÓN GENERAL

- 1) Manipular el paquete con cuidado. Desembalarlo y comprobar que el contenido coincide con lo indicado en el apartado de la "Lista de embalaje". Si se observa algún componente dañado o la ausencia de alguno avisar rápidamente al distribuidor.
- 2) No instalar ni utilizar el equipo sin leer, previamente, este manual de instrucciones.
- 3) Estas instrucciones forman parte inseparable del aparato y deben estar disponibles a todos los usuarios del equipo.
- 4) Cualquier duda puede ser aclarada contactando con el servicio técnico de J.P. SELECTA, s.a.u.
- 5) **¡ATENCIÓN! NO SE ADMITIRÁ NINGUNA MÁQUINA PARA REPARAR QUE NO ESTÉ DEBIDAMENTE LIMPIA Y DESINFECTADA.**
- 6) Toda modificación, eliminación o falta de mantenimiento de cualquier dispositivo de la máquina, transgrede la directiva de utilización 89/655/CEE y el fabricante no se hace responsable de los daños que pudieran derivarse.
- 7) No utilizar el equipo con fluidos que puedan desprender vapores o formar mezclas explosivas o inflamables.

## LISTA DE EMBALAJE

El equipo estándar consta de los siguientes componentes:

Pieza	Código	
Dosi-Fiber 4 plazas / Dosi-Fiber 6 plazas	4000599	4000623
Unidad principal (4 o 6 plazas)	1	1
Gradilla portacrisoles ( 4 o 6 plazas)	1	1
Asa portacrisoles (4 o 6 plazas)	1	1
Crisol de porosidad P-2	4	6
Manguera de 3m Øint 8mm PVC	1	1
Manguera de 2m Øint 5mm PVC	1	1
Racord 3/8'	2	2
Racord 1/4'	2	2
Cable de conexión	1	1
Trompa de Vacío cód. 7000293	1	1
Manual de instrucciones (80055)	1	1



## ACCESORIOS

Descripción	Código
Placa doble calefactora de reactivos	4000634
Jarra de Pyrex para reactivos	1000563
Gradilla soporte para 4 crisoles	4000600
Gradilla soporte para 6 crisoles	4000624
Crisol de porosidad P-2	4000601

## ESPECIFICACIÓN TÉCNICA

Tensión de alimentación 115-230V 50/60 Hz según se indique en la placa de características de la máquina.

Código	4000599	4000623	
Potencia eléctrica consumida	700	1000	
Nº plazas	4	6	
Peso	18.5	25	
Medidas exteriores cm.	Alto	56	56
	Ancho	43	57
	Fondo	32	32
Consumo de agua para refrigerar	1 l./minuto		

## DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

El extractor DOSI-FIBER es un equipo para realizar la extracción en los métodos de determinación de fibras.

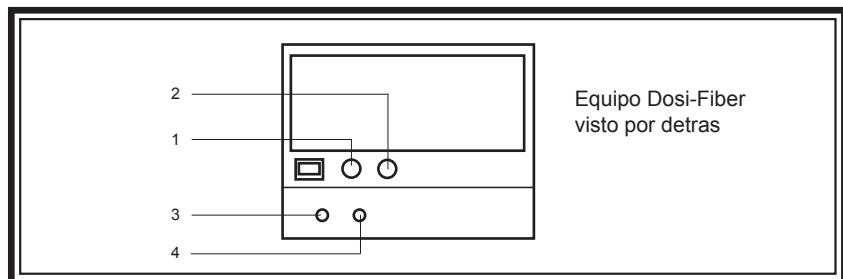
Pueden realizarse extracciones que utilizan ácido Nítrico, ácido acético o ácido tricloro-acético.



## INSTALACIÓN

Colocar el extractor sobre una superficie plana, horizontal y nivelada, procurando dejar un espacio libre de 10 cm. por la parte posterior y por los laterales del equipo.

- 1- Conectar la entrada de agua del refrigerante "1" (racord 3/8') con la manguera de Øint. 8mm a una fuente de agua con un caudal mínimo de 1litro/minuto.
- 2- Conectar la salida de agua del refrigerante "2" (racord 3/8') con la manguera de Øint. 8mm a un desagüe.
- 3- Conectar la entrada de vacío "3" (racord de 1/4') a una trompa de vacío con el tubo de Øint 5 mm.
- 4- Conectar la salida de desagüe residual de la bandeja "4" (racord de 1/4') a un desagüe.
- 5- Conectar a la red eléctrica.



### ¡ATENCIÓN! IMPORTANTE PARA SU SEGURIDAD



**Asegúrese que el equipo se conecta a una tensión de red que coincide con la indicada en la placa de características.**

**No utilice el equipo sin estar conectada la toma de tierra.**

**Si cambia la clavija de conexión a red tenga en cuenta lo siguiente:**

**Cable azul: Neutro.  
Cable marrón: Fase.  
Cable amarillo/verde: Tierra.**

#### **NOTA IMPORTANTE PARA LA MANIPULACIÓN DE LOS CRISOLES**

**Los crisoles porosos están fabricados con vidrio pyrex, la porosidad del filtro que incluyen es de porosidad nº 2. (40-70micras).**

Un crisol frío no debe colocarse directamente al horno de mufla a 500°C ya que esto provocaría la rotura inmediata de los crisoles. Par evitarlo seguir una de las dos opciones siguientes:



-Colocar los crisoles en el horno de mufla frío y luego ponerlo en marcha.

-Colocar los crisoles encima de un material aislante (amianto) e introducirlo todo junto en horno de mufla caliente.

De forma análoga un crisol caliente no debe dejarse directamente sobre una mesa fría.

Es aconsejable manipular los crisoles siempre con la ayuda del asa portacrisoles.

## OPERACIÓN

### Preparar la muestra y los reactivos:

- 1- Moler la muestra a un tamaño de tamiz de 1 mm.
- 2- Calentar el reactivo en la placa calentadora (Accesorio 4000634 o similar) a una Tª de 95-100°C.
- 3- Llenar los crisoles con las muestras molidas y situarlos en la "gradilla porta-crisoles"(4). Esta gradilla se puede fijar en la parte frontal de la unidad principal. Mediante la "asa portacrisoles" recoger los crisoles e introducirlos en la unidad principal frente a las resistencias(6). Bajar la palanca de fijación (2) y bajar la tapa reflectora.
- 4- Situar los mandos de las válvulas (5) en posición "OFF".
- 5- Abrir el grifo de entrada de agua refrigerante. Caudal entre 1 y 2 litros/minuto.
- 6- Accionar el interruptor principal (POWER) (9), el piloto ámbar se iluminará. El potenciómetro (7) en posición "off".

### Proceso de extracción en caliente:

- 7- Levantar la tapa superior (1) y añadir el reactivo en cada columna. (10) Determinar la cantidad de reactivo mediante la escala graduada de cada columna.
- 8- Girar el potenciómetro de ajuste (7) (Sentido horario) hasta la posición 80-90%. La resistencia se pone en marcha.
- 9- Añadir antiespumante en cada columna.
- 10- Cuando el reactivo empieza a hervir disminuir la potencia de calor girando el potenciómetro (7) (sentido antihorario) hasta el 20-30%.
- 11- Mientras dura la extracción puede aprovecharse para calentar el segundo reactivo o agua destilada.
- 12- Finalizada la extracción apagar el calefactor por el interruptor (9).
- 13- Abrir el grifo de la trompa de agua (si se ha utilizado este sistema para producir la presión de vacío). Situar los mandos de las válvulas (5) en posición "Aspirar". Una vez completada la filtración cerrar las válvulas.



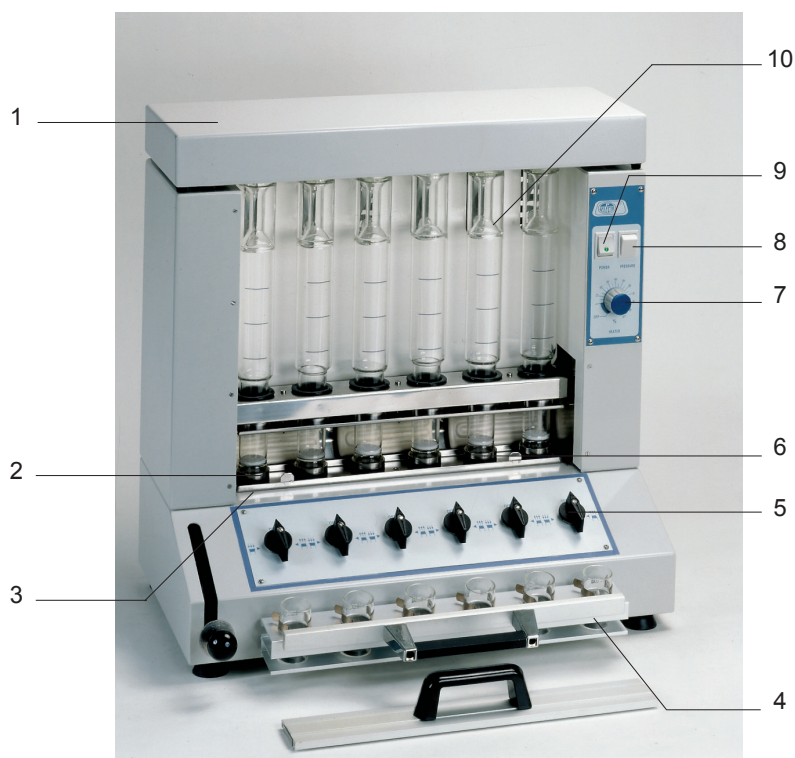
14-Si durante la filtración es necesario disolver el residuo, accionar el interruptor de la bomba de aire (8) (PRESSURE) y situar el mando de las válvulas en la posición “soplar”, Volviendo luego a la posición aspirar. La potencia de la bomba de soplar es ajustable interiormente. Ver “MANTENIMIENTO”.

**NO PARAR LA BOMBA (PRESSURE) CON LAS VÁLVULAS EN POSICIÓN “SOPLAR”.**

15-Lave las muestras con agua destilada caliente utilizando un bote pulverizador. El agua se introduce por la entrada de cada columna. Situar los mandos de las válvulas en la posición aspirar para dejar la muestra seca. Cerrar de nuevo las válvulas. Si el método precisa de varias extracciones repetir el proceso.

16-Para sacar los crisoles de la unidad de extracción utiliza el “asa porta-crisoles” encajándola en los crisoles y librándolos desbloqueando la palanca de la izquierda.

17-Trasladarlos a la gradilla soporte “4”.



## MANTENIMIENTO

**Antes de quitar la tapa del extractor para manipular en su interior desconecte la toma de red.**

**La manipulación de los circuitos electrónicos internos del extractor por personal no autorizado puede provocar daños de difícil reparación. Asegúrese de llevar el equipo a uno de los servicios técnicos autorizados por J.P. SELECTA, s.a.u.**

1- Sacar la tapa posterior de la unidad principal y localizar la bomba de "Soplar". (Ver pagina 9 recambio "2").

2- Ajustar mediante el botón grafilado la potencia de la bomba:

Sentido horario: más potencia.

Sentido antihorario: menos potencia.

3- Esta bomba viene regulada de fabrica al máximo de su potencia.

## GARANTÍA

Este producto tiene una garantía de un año. la garantía no cubre los daños causados por un uso indebido o por causas ajenas a J.P. SELECTA, s.a.

Cualquier manipulación del aparato por personal no autorizado por J.P. SELECTA, s.a., anula automáticamente los beneficios de la garantía.

## NOTAS DE APLICACIÓN

**1- DETERMINACIÓN DE LA FIBRA BRUTA POR EL MÉTODO DE WEEDE.**

**2- DETERMINACIÓN DE LA FIBRA BRUTA POR EL MÉTODO DE WIJKSTROM.**

**3- DETERMINACIÓN DE LOS DIFERENTES COMPONENTES DE LA FIBRA POR EL MÉTODO VAN SOEST:**

**-FIBRA NEUTRO DETERGENTE (F.A.D)**

**-FIBRA ÁCIDO DETERGENTE (F.A.D)**

**-DETERMINACIÓN FRACCIONADA:**

**-HEMICELULOSA**

**-CELULOSA**

**-LIGNINA**

**-SÍLICE**





## 1- DETERMINACIÓN DE LA FIBRA BRUTA POR EL MÉTODO DE WEEDE.

Reactivos necesarios:

Ácido sulfúrico  $H_2SO_4$  0.128M  
(7.1ml 96% a 1 litro con agua destilada).

Hidróxido potásico KOH 0.223M  
(12.5g a 1 litro con agua destilada).

Antiespumante, por ejemplo Octanol.

Acetona

Material necesario:

Equipo Dosi-Fiber.  
Balanza  $\pm 0.1$ mg  
Trompa o bomba de vacío.  
Frasco "Kitasatos"  
Crisoles porosos.  
Horno de mufla 500°C  
Estufa 150°C  
Desecador

Procedimiento:

1- Pesar (con una precisión de  $\pm 1$ mg) de 1 a 1.5 g de muestra en un crisol poroso. La cantidad de muestra es  $W_0$ .

2- Introducir los crisoles en el Dosi-Fiber.

### Hidrólisis ácida en caliente:

3- Asegurarse de que las válvulas están en la posición "Cerrado".

4- Añadir 100-150 de  $H_2SO_4$  caliente en cada columna y unas gotas de anti-espumante.

5- Abrir el circuito de refrigeración y activar las resistencias calefactoras. (Potencia 90%).

6- Esperar a que hierva, reducir la potencia al 30% y dejar hervir durante el tiempo de extracción (30min. a 1h. dependiendo del material). Para una hidrólisis más efectiva, accionar la bomba de aire en la posición "Soplar".

7- Parar la calefacción. Abrir el circuito de vacío y poner los mandos de las válvulas en posición "Absorción". Lavar con agua destilada y filtrar. Repetir este proceso 3 veces.

### Hidrólisis básica en caliente:

8- Repetir los pasos 3 a 7 pero utilizando KOH en lugar de  $H_2SO_4$ .

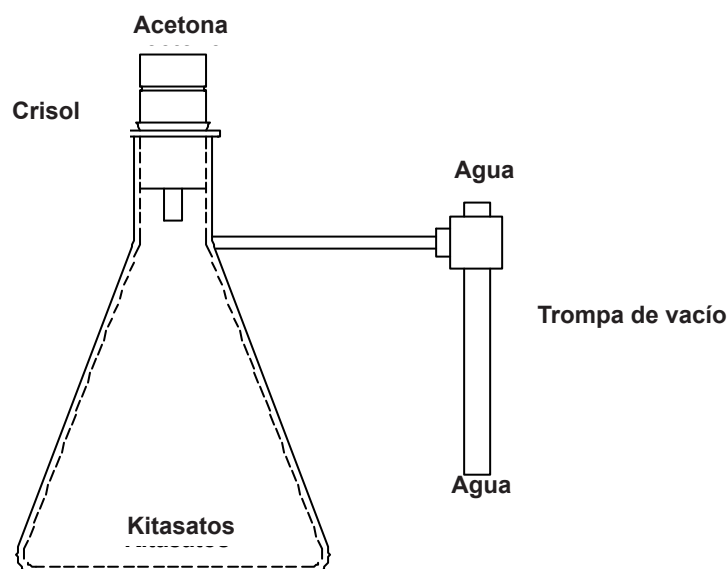


**Extracción en frío con acetona.**

**No realizar la extracción en frío con acetona en el equipo Dosi-Fiber.**

- 9- Preparar el frasco "kitasatos" con las trompa de vacío. Situar el crisol en la entrada del Kitasatos y añadir acetona a la vez que el circuito de vacío está absorbiendo hacia el frasco. Repetir esta operación 3 veces.
- 10- Poner las muestras a secar en la estufa a 150°C durante 1h.
- 11- Dejar enfriar en desecador.
- 12- Pesar con un precisión de  $\pm 0.1$ mg. La cantidad pesada es  $W_1$ .
- 13- Incinerar las muestras de los crisoles en el Horno de mufla a 500°C durante un mínimo de 3h.
- 14- Dejar enfriar en desecador. Tener en cuenta las recomendaciones dadas para la manipulación de los crisoles.
- 15- Pesar los crisoles con una precisión de  $\pm 0.1$ mg. La cantidad pesada es  $W_2$ .
- 16- Realizar el siguiente calculo:

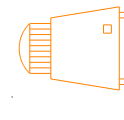
$$\%Fibra\ bruta = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100$$



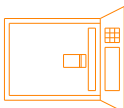
# DETERMINACIÓN DE LA FIBRA BRUTA. J.P. SELECTA, s.a. Método de Weende.

**Reactivo A:  $H_2SO_4$   
0.128M**

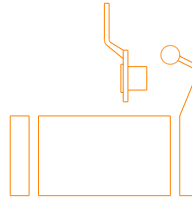
**Reactivo B: KOH  
0.223M**



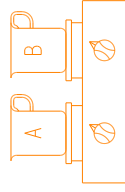
Triturar y homogeneizar la muestra (precisión  $\pm 1mg$ )  $W_0$



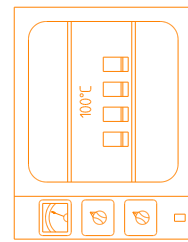
Situar los crisoles en la gradilla



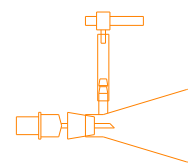
Introducir crisoles en el Dosi-Fiber



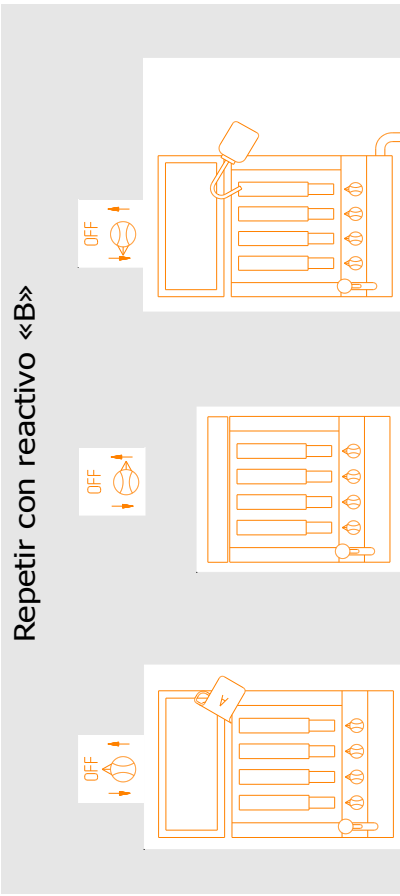
Precalentar los reactivos



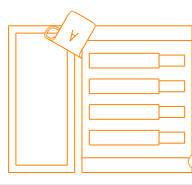
Desecar las muestras en una estufa a 150°C durante 1h. Dejar enfriar en un desecador



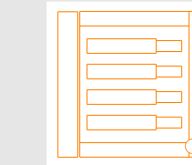
Situar un crisol en el kitasato. Llenar con acetona y filtrar. Repetir 3 veces.



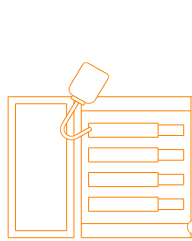
Repetir con reactivo «B»



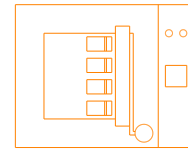
Poner en marcha la calefacción. Añadir 120ml de reactivo en cada columna. Esperar la ebullición. Añadir unas gotas de antiespumante.



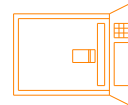
Mantener en ebullición durante 30m.



Parar la calefacción. Poner en marcha la trompa de vacío. Pulverizar agua destilada para arrastrar las partículas adheridas al vidrio. Repetir 3 veces.



Calcinar en horno de mufla a 500°C durante 3h. Dejar enfriar en desecador.



Pesar los crisoles  $W_2$

$$\% \text{ Fibra bruta} = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100$$



## 2- DETERMINACIÓN DE LA FIBRA BRUTA POR EL MÉTODO DE WIJKSTROM.

Reactivos necesarios:

Ácido sulfúrico  $H_2SO_4$  0.32M  
(17.76 ml 96% a 1 litro con agua destilada).

Hidróxido de Sodio KOH 0.556M  
(31.02 g KOH a 1 litro con agua destilada).

Antiespumante, por ejemplo Octanol

Acetona

Material necesario:

Equipo Dosi-Fiber.  
Balanza  $\pm 0.1$ mg  
Trompa o bomba de vacío.  
Frasco "Kitasatos"  
Crisoles porosos.  
Horno de mufla 500°C  
Estufa 150°C  
Desecador

Procedimiento:

1- Pesar (con una precisión de  $\pm 0.1$ mg) de 1 a 1.5 g de muestra en un crisol poroso. La cantidad de muestra es  $W_0$ .

2- Introducir los crisoles en el Dosi-Fiber.

### Hidrólisis ácida en caliente:

3- Asegurarse de que las válvulas están en la posición "Cerrado".

4- Añadir 100-150 de  $H_2SO_4$  caliente en cada columna y unas gotas de anti-espumante.

5- Abrir el circuito de refrigeración y activar las resistencias calefactoras. (Potencia 90%)

6- Esperar a que hierva, reducir la potencia al 30 % y dejar hervir durante el tiempo de extracción (10min.). Para una hidrólisis más efectiva accionar la bomba de aire en la posición "Soplar".

7- Parar la calefacción. Abrir el circuito de vacío y poner los mandos de las válvulas en posición "Absorción". Lavar con agua destilada y filtrar. Repetir este proceso 3 veces.

### Hidrólisis básica en caliente:

8- Repetir los pasos 3 a 7 pero utilizando KOH en lugar de  $H_2SO_4$ .

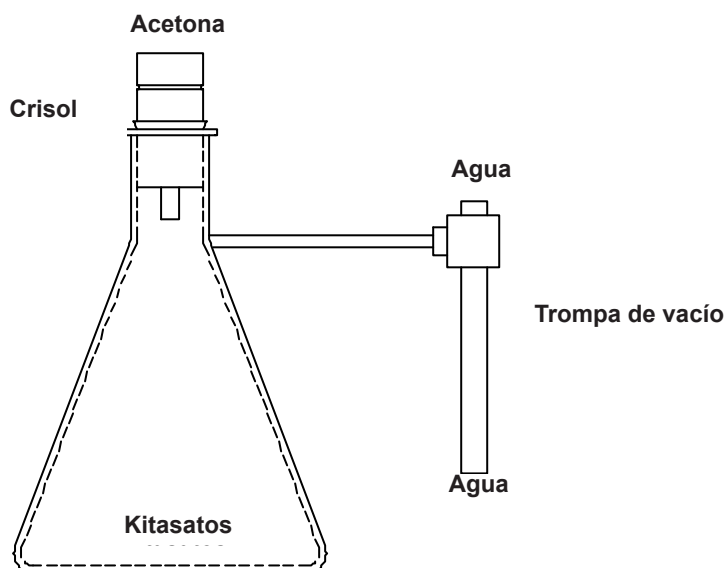
### Extracción en frío con acetona:

**No realizar la extracción en frío con acetona en el equipo Dosi-Fiber**



- 9- Preparar el frasco "Kitasatos" con las trompa de vacío. Situar el crisol en la entrada del Kitasatos y añadir acetona a la vez que el circuito de vacío está absorbiendo hacia el frasco. Repetir esta operación 3 veces.
- 10- Poner las muestras a secar en la estufa a 150°C durante 1h.
- 11- Dejar enfriar en desecador.
- 12- Pesar con una precisión de  $\pm 0.1$ mg. La cantidad pesada es  $W_1$ .
- 13- Incinerar las muestras de los crisoles en el Horno de mufla a 500°C durante un mínimo de 3h.
- 14- Dejar enfriar en desecador. Tener en cuenta las recomendaciones dadas para la manipulación de los crisoles.
- 15- Pesar los crisoles con una precisión de  $\pm 0.1$ mg. La cantidad pesada es  $W_2$ .
- 16- Realizar el siguiente cálculo:

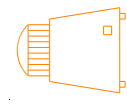
$$\%Fibra\ bruta = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100$$



# DETERMINACIÓN DE LA FIBRA BRUTA. J.P. SELECTA, S.a.

## Método de Wijkstrom.

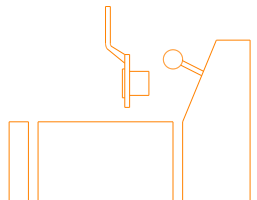
**Reactivo A: H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.32M**  
**Reactivo B: KOH 0.556M**



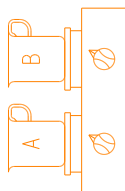
Triturar y homogeneizar la muestra (precisión ±1mg)  $W_0$



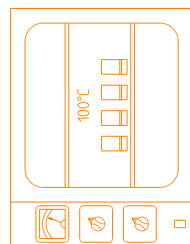
Situar los crisoles en la gradilla



Introducir crisoles en el Dosi-Fiber



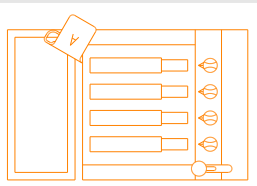
Precalentar los reactivos



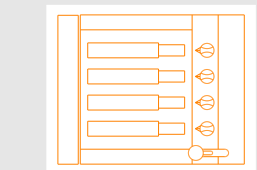
Desecar las muestras en una estufa a 150°C durante 1h. Dejar enfriar en un desecador



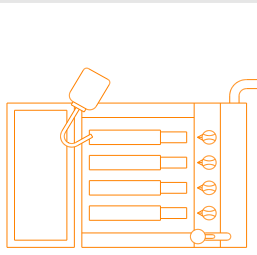
Pesar los crisoles  $W_1$



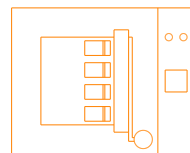
Poner en marcha la calefacción. Añadir 120ml de reactivo en cada columna. Esperar la ebullición. Añadir unas gotas de antiespumante.



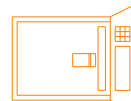
Mantener en ebullición durante 10m.



Parar la calefacción. Poner en marcha la trompa de vacío. Pulverizar agua destilada para arrastrar las partículas adheridas al vidrio. Repetir 3 veces.



Calcinar en horno de mufla a 500°C durante 3h. Dejar enfriar en desecador.



Pesar los crisoles  $W_2$

$$\% \text{ Fibra bruta} = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100$$



### 3- DETERMINACIÓN DE LOS DIFERENTES COMPONENTES DE LA FIBRA POR EL MÉTODO VAN SOEST:

#### - FIBRA NEUTRO DETERGENTE (F.N.D).

La fibra neutro detergente es el residuo insoluble en detergente neutro (Lauril Sulfato Sódico 3% pH 7). Engloba la Hemicelulosa, Lignina, Celulosa, Proteína (en parte) y Sílice.-Solución neutro detergente (S.N.D): Disolver 30 gr. de Lauril Sulfato Sódico en 500 ml de agua destilada y agregar 10 ml de 2- Etoxietanol P.A. Disolver 18.61 g de EDTA Na<sub>2</sub>-2H<sub>2</sub>O P.A. y 6.81 g de Tetraborato Sódico de cahidrato P.A. en 250 ml de Agua destilada caliente. Añadir esta disolución a la anterior. Disolver 4.56 g de Fosfato disódico anhidro P.A. en 250 ml de agua destilada caliente. Añadir esta solución a la anterior que contiene el resto de reactivos. El pH final será entre 6.9 y 7.1, de no ser así, ajustar con una solución de NaOH o HCl.

-Acetona.

-Antiespumante, por ejemplo Octanol.

Material necesario:

Equipo Dosi-Fiber.  
Balanza  $\pm 0.1$ mg  
Trompa o bomba de vacío.  
Frasco "Kitasatos"  
Crisoles porosos.  
Horno de mufla 500°C  
Estufa 150°C  
Desecador

Procedimiento:

- 1- Pesar (con una precisión de  $\pm 0.1$ mg) de 1 a 1.5 g de muestra en un crisol poroso. La cantidad de muestra es  $W_0$ .
- 2- Introducir los crisoles en el Dosi-Fiber.
- 3- Asegurarse de que las válvulas están en la posición "Cerrado".
- 4- Añadir 100 ml de solución neutro detergente (S.N.D).
- 5- Abrir el circuito de refrigeración y activar las resistencias calefactoras. (Potencia 90%)
- 6- Esperar a que hierva, reducir la potencia al 30 % y dejar hervir durante el tiempo de extracción (60 min.)
- 7- Parar la calefacción. Abrir el circuito de vacío y poner los mandos de las válvulas en posición "Absorción". Lavar con agua destilada caliente y filtrar. Repetir este proceso 3 veces.

**Extracción en frío con acetona.**



**No realizar la extracción en frío con acetona en el equipo Dosi-Fiber**

- 8- Preparar el frasco "kitasatos" con las trompa de vacío. Situar el crisol en la entrada del Kitasatos y añadir acetona a la vez que el circuito de vacío está absorbiendo hacia el frasco (tal como se indica en los métodos 1 y 2). Repetir esta operación 2 veces.
- 9- Poner las muestras a secar en la estufa a 150°C durante 1h.
- 10- Enfriar en desecador.
- 11- Pesar con un precisión de  $\pm 0.1$ mg. la cantidad pesada es  $W_3$ .
- 12- Incinerar las muestras de los crisoles en el Horno de mufla a 500°C durante un mínimo de 3h.
- 13- Enfriar en desecador. Tener en cuenta las recomendaciones dadas para la manipulación de los crisoles.
- 14- Pesar los crisoles con una precisión de  $\pm 0.1$ mg. La cantidad pesada es  $W_4$ .
- 15- Realizar este cálculo:

$$\% F.N.D. = \frac{W_3 - W_4}{W_0} \times 100$$

#### - FIBRA ÁCIDO DETERGENTE (F.A.D).

La fibra ácido detergente es el residuo insoluble en un detergente ácido (Bromuro de Cetil Trimetil Amonio). Engloba la lignina, celulosa y sílice.

Reactivos necesarios:

- Solución ácido detergente (S.A.C): Añadir 20 g de Bromuro de cetil trimetil amonio a 1 litro de solución de ácido sulfúrico 1N.
- Acetona.
- Antiespumante, por ejemplo Octanol.

Material necesario:

Equipo Dosi-Fiber.  
Balanza  $\pm 0.1$ mg  
Trompa o bomba de vacío.  
Frasco "Kitasatos".  
Crisoles porosos.  
Horno de mufla 500°C.  
Estufa 150°C.  
Desecador.



**Procedimiento:**

- 1- Pesar (con una precisión de  $\pm 0.1\text{mg}$ ) de 1 a 1.5 g de muestra en un crisol poroso. La cantidad de muestra es  $W_0$ .
- 2- Introducir los crisoles en el Dosi-Fiber.
- 3- Asegurarse de que las válvulas están en la posición "Cerrado".
- 4- Añadir 100 ml de solución ácido detergente (S.A.D).
- 5- Abrir el circuito de refrigeración y activar las resistencias calefactoras (Potencia 90%).
- 6- Esperar a que hierva, reducir la potencia al 30 % y dejar hervir durante el tiempo de extracción (60 min.).
- 7- Parar la calefacción. Abrir el circuito de vacío y poner los mandos de las válvulas en posición "Absorción". Lavar con agua destilada caliente y filtrar. Repetir este proceso 3 veces.

**Extracción en frío con acetona.**

- 8- Preparar el frasco "kitasatos" con las trompa de vacío. Situar el crisol en la entrada del Kitasatos y añadir acetona a la vez que el circuito de vacío está absorbiendo hacia el frasco (tal como se indica en los métodos 1 y 2). Repetir esta operación 2 veces.
- 9- Poner las muestras a secar en la estufa a  $150^\circ\text{C}$  durante 1h.
- 10- Enfriar en desecador.
- 11- Pesar con una precisión de  $\pm 0.1\text{mg}$ . la cantidad pesada es  $W_5$ .
- 12- Incinerar las muestras de los crisoles en el Horno de mufla a  $500^\circ\text{C}$  durante un mínimo de 3h.
- 13- Enfriar en desecador. Tener en cuenta las recomendaciones dadas para la manipulación de los crisoles.
- 14- Pesar los crisoles con una precisión de  $\pm 0.1\text{mg}$ . La cantidad pesada es  $W_6$ .
- 15- Realizar el siguiente cálculo:

$$\% \text{ F.A.D.} = \frac{W_5 - W_6}{W_0} \times 100$$



**No realizar la extracción en frío con acetona en el equipo Dosi-Fiber**



**- DETERMINACIÓN FRACCIONADA.**

## Reactivos necesarios:

- Solución ácido detergente (S.A.C): Añadir 20 g de Bromuro de cetil trimetil amonio a 1 litro de solución de ácido sulfúrico 1N.
- Antiespumante, por ejemplo Octanol.
- Solución de Ácido Sulfúrico al 72% en peso.
- Solución de HBr al 48%.
- Acetona.

## Material necesario:

Equipo Dosi-Fiber.  
Balanza  $\pm 0.1$ mg.  
Trompa o bomba de vacío.  
Frasco "Kitasatos".  
Crisoles porosos.  
Horno de mufla 500°C.  
Estufa 150°C.  
Desecador.

## Procedimiento:

- 1- Determinar la F.A.D hasta obtener el residuo  $W_5$ , tal y como se indica en el procedimiento anterior.
- 2- Introducir los crisoles con el residuo  $W_5$  en el Dosi-Fiber.
- 3- Asegurarse de que las válvulas están en la posición "Cerrado".
- 4- Añadir 25 ml de Ácido Sulfúrico al 72%.
- 5- Accionar el interruptor de la bomba de aire en la posición "Soplar". Dejar extraer en frío durante 3 horas.
- 6- Abrir el circuito de vacío y poner los mandos de las válvulas en posición "Absorción". Lavar con agua destilada y filtrar. Repetir este proceso 3 veces.
- 7- Poner las muestras a secar en la estufa a 150° durante una hora.
- 8- Dejar enfriar en desecador.
- 9- Pesar con una precisión de  $\pm 0.1$ mg. La cantidad pesada es  $W_7$ .
- 10- Incinerar las muestras de los crisoles en el Horno de mufla a 500°C durante un mínimo de 3 horas.
- 11- Dejar enfriar en desecador. Tener en cuenta las recomendaciones dadas para la manipulación de los crisoles.
- 12- Pesar los crisoles con una precisión de  $\pm 0.1$  mg. La cantidad pesada es  $W_8$ .



$W_7$  = Lignina y Minerales.

$W_8$  = Minerales = Sílice y cenizas ácido detergente.

13- Introducir los crisoles con el residuo  $W_8$  en el Dosi-Fiber.

14- Asegurarse de que las válvulas están en la posición "Cerrado".

15- Añadir 4 ml de HBr al 48%.

16- Accionar el interruptor de la bomba de aire en la posición "Soplar".  
Dejar extraer en frío durante 1.5 horas.

17- Abrir el circuito de vacío y poner los mandos de las válvulas en posición "Absorción". Lavar con agua destilada y filtrar. Repetir este proceso 3 veces.

#### Extracción en frío con acetona.



**No realizar la extracción en frío con acetona en el equipo Dosi-Fiber.**

18- Preparar el frasco "kitasatos" con las trompa de vacío. Situar el crisol en la entrada del Kitasatos y añadir acetona a la vez que el circuito de vacío está absorbiendo hacia el frasco (tal como se indica en los métodos 1 y 2). Repetir esta operación 2 veces.

19- Incinerar las muestras de los crisoles en el Horno de mufla a 500°C durante un mínimo de 3 horas.

20- Dejar enfriar en desecador. tener en cuenta las recomendaciones dadas para la manipulación de los crisoles.

21- Pesar los crisoles con una precisión de  $\pm 0.1$  mg. La cantidad pesada es  $W_9$ .

$W_9$  = Sílice

22- Realizar los siguientes cálculos:

$\% \text{Hemicelulosa} = \frac{W_3 - W_5}{W_0} \times 100$
$\% \text{Celulosa} = \frac{W_5 - W_7}{W_0} \times 100$
$\% \text{Lignina} = \frac{W_7 - W_8}{W_0} \times 100$
$\% \text{Sílice} = \frac{W_9}{W_0} \times 100$



## GENERAL INFORMATION



- 1) *Handle the parcel with care. Unpack and check that the contents coincide with the packing-list. If any part is damaged or missing, please advise the distributor immediately.*
- 2) *Do not install or use the equipment without reading this handbook before.*
- 3) *This handbook must always be attached to the equipment and it must be available for all users.*
- 4) *If you have any doubts or enquiries, please contact with your supplier or J.P. Selecta's technical service.*
- 5) **IMPORTANT! J.P. SELECTA WILL NOT ACCEPT ANY EQUIPMENT TO BE REPAIRED IF IT IS NOT DULY CLEANED.**
- 6) *If any modification, elimination or lacking in maintenance of any device of the equipment by the user transgress the directive 89/655/CEE, the manufacturer is not responsible for the damage that can occur.*
- 7) *Do not use the equipment with liquids which can give off vapours capable of making explosive mixtures.*

## PACKING LIST

The standard equipment consists of the following components:

Piece	Code	
Dosi-Fiber 4 units / Dosi-Fiber 6 units	4000599	4000623
Main unit (4 or 6 units)	1	1
Crucible rack (4 or 6 units)	1	1
Crucible handle (4 or 6 units)	1	1
P-2 porositu crucible	4	6
PVC 3m hose of 8mm inner Ø	1	1
PVC 2m hose of 5mm inner Ø	1	1
3/8' racord	2	2
1/4' racord	2	2
Connection cable	1	1
Water Jet Pump code 7000293	1	1
Instruction manual (80055)	1	1



## ACCESSORIES

Description	Code
Double hotplate for reagents	4000634
Glass jar for reagents	1000563
Rack for 4 crucibles	4000600
Rack for 6 crucibles	4000624
P-2 porosity crucible	4000601

## TECHNICAL FEATURES

**Voltage supply 115-230V 50/60 Hz according to the characteristics plate indications.**

Code	4000599	4000623	
Consumption	700	1000	
Nr. units	4	6	
Weight Kg	18.5	25	
Overall dimensions cm	Height	56	56
	Length	43	57
	Width	32	32
Cooling water consumption	1l./minute		

## EQUIPMENT DESCRIPTION

*Extraction system for the determination of crude fibre.*

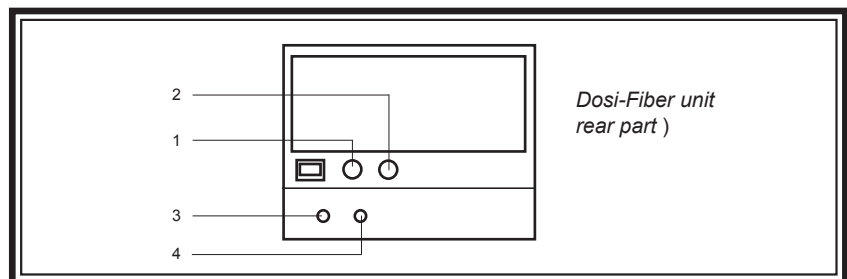
*It is possible to do extractions using: Nitric, Acetic or Trichlore-acetic acids.*



## INSTALLATION

Place the equipment on a flat, horizontal and level surface, taking care of leaving a space of about 10 cm. at the rear part and both sides.

- 1- Connect the cooler water inlet «1» (racord 3/8') with the 8 mm inner dia. hose to a water tap with a minimum flow of 1 litre/minute.
- 2- Connect the cooler water outlet «2» (racord 3/8') with the 8 mm inner dia. hose to a drainage.
- 3- Connect the vacuum inlet «3» (racord 1/4') to a water jet pump with the 5 mm inner dia. tube.
- 4- Connect the drainage residual outlet of the tray «4» (racord 1/4') to a drainage.
- 5- Connect it into the mains.



### CAUTION!!! IMPORTANT FOR YOUR SAFETY



**Be sure that the voltage supply is the same that the on indicated on the characteristics plate.**

**Do not use the equipment if it is not earthed.**

**If you change the plug bear the following in mind:**

**Blue cable: Neutral**  
**Brown cable: Phase**  
**Yellow/green cable: earth**

#### IMPORTANT NOTE FOR THE CRUCIBLE HANDLING

**The porous crucibles are made of borosilicate glass, with a standard filter of porosity no.2 (40-70 micras).**

**A cold crucible must not be put directly into a muffle furnace at 500°C since the crucible would be immediately broken. To avoid it, please follow one of the two options:**

- Place the crucible in the cold furnace and then switch it on.



- Place the crucible on an thermal insulating material and put altogether in the hot furnace.

Crucibles must NOT be put on a cold surface after taking them from the oven. They must be cooled slowly.

It is recommended to handle the crucible with the help of the handle for crucible.

## OPERATION

### Sample and reagents preparation:

1. Grind the sample to a thick size (normally 1 mm. sieve).
2. Heat the reagent on a hotplate up to 95/100 °C (accessory 4000634 or similar).
- 3- Fill the crucible with grinded samples and put them on the crucible rack (4). The rack can be fixed to the front of the main unit. Use the handle for crucibles to take them and insert them in the main unit facing the heating elements (6). Lower the fixing lever (2) and reflector.
- 4- Put all valves (5) in «OFF» position.
- 5- Open the cooler water inlet tap. Flow to 1 or 2 litres/minute.
- 6- Turn on the main switch (POWER) (9), the amber pilot lamp comes on. Put the potentiometer (7) in «OFF» position.

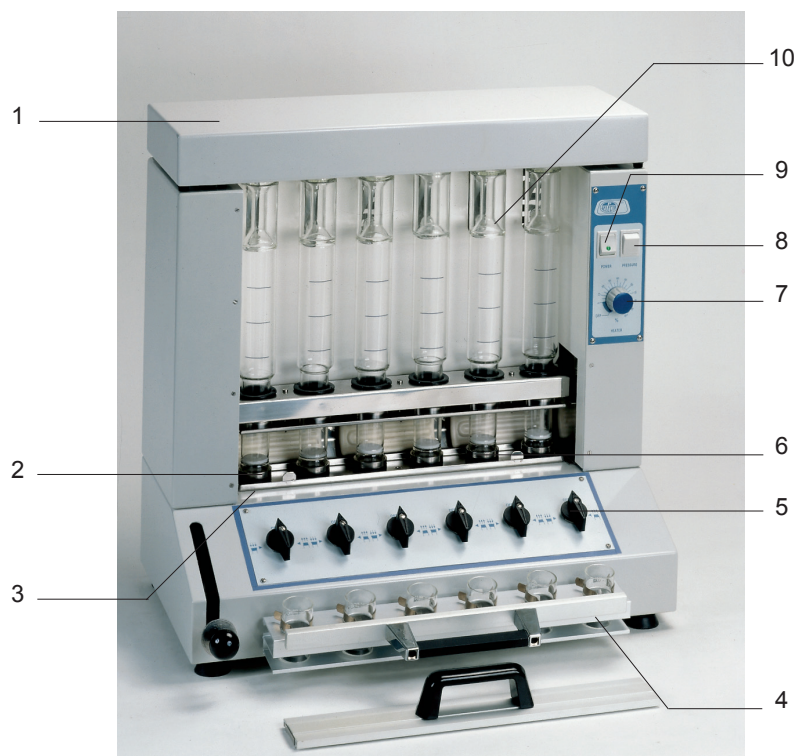
### Hot extraction procedure:

- 7- Lift the top lid (1) and add the reagent in each column (10). To the necessary quantity, (observe the quantity by the graded column).
- 8- Turn the potentiometer (7) clockwise up to a position of 80 or 90%. The heating element starts up.
- 9- Add foam-suppressor in each column.
- 10- When the reagent begins to boil, lower the heater by turning the potentiometer (7) unclockwise up to 20-30%.
- 11- During the extraction, the second reagent or distilled water can be heated.
- 12- At the end of the extraction, turn off the heater switch (9).
- 13- Open the tap of the water jet pump (if this system has been used to produce the vacuum pressure). Place the valves (5) in «Aspirar» position. When the filtration is finished, close the valves.
- 14- If during the filtration, it is necessary to dissolve residue, turn on the air pump switch (8) (PRESSURE) and place the valves in «soplar» position, returning it to «aspirar» position afterwards. The power of the blow pump is adjustable inside. See «MAINTENANCE» section.



**DO NOT STOP THE PUMP (PRESSURE) WITH THE VALVE IN «SOPLAR» POSITION.**

- 15- Wash the samples with warm distilled water using the spray. The water is introduced in each column inlet. Place the valves in «aspirar» position to dry the sample. Close the valves again. If the method requires more extractions repeat the whole cycle.
- 16- To remove the crucibles from the extraction unit use the crucible handle. Insert it in the crucibles and immediately free them using the lever on the left.
- 17- Transfer them to the rack «4».



## MAINTENANCE

**Before removing the cover disconnect the equipment from the mains.**



**The manipulation of the internal electronic circuits by unauthorized personnel can cause irreparable damage. Take it to one of the J.P.SELECTA s.a.u. authorized technical services.**

- 1- Remove the rear lid of the main unit and find the «soplar» pump (See page 9, spare part 2)
- 2- Adjust the pump power throughout the grooved button:
  - Clockwise: more power.
  - Unclockwise: less power.
- 3- This pump is adjusted at maximum power in factory.



## **GUARANTEE**

*This product is guaranteed for one year. The guarantee does not cover damage caused by incorrect use or causes beyond the control of J.P. SELECTA, s.a.u.*

*Any manipulation of the equipment by personnel not authorized by J.P. SELECTA, s.a.u. automatically cancels the guarantee.*

## **APPLICATION NOTES**

**1- CRUDE FIBER DETERMINATION BY WEENDE METHOD.**

**2- CRUDE FIBER DETERMINATION BY WIJKSTRON METHOD.**

**3- FIBER COMPOSITION DETERMINATION BY VAN SOEST METHOD.**

**- NEUTRAL DETERGENT FIBER (N.D.F)**

**- ACID DETERGENT FIBER (A.D.F)**

**- FRACTIONAL DETERMINATION:**

**- HEMICELLULOSE**

**- CELLULOSE**

**- LIGNINE**

**- SILICE**

**1- CRUDE FIBER DETERMINATION BY WEENDE METHOD.**

*Required reagents:*

*Sulphuric acid  $H_2SO_4$  0.128M  
(7.1 ml 96% to 1 l with distilled water)*

*Potassium hydroxide KOH 0.223M  
(12.5 g to 1 l with distilled water)*

*Foam-suppressor such as octanol*

*Acetone*

*Required equipment:*

*Dosi-Fiber equipment*

*Scale  $\pm 0.1$ mg*

*Vacuum pump*

*«Kitasatos» flask*

*Porous crucibles*

*Muffle furnace 500°C*

*Oven at 150°C*

*Vacuum dryer*



**Procedure:**

- 1- *Weight and transfer (precision  $\pm 0.1\text{mg}$ ) of 1 to 1.5 g sample into a porous crucible. The quantity of sample is  $W_0$ .*
- 2- *Place the crucible into the Dosi-fiber unit.*

**Hot acid hydrolysis**

- 3- *Ensure that the valve are in «OFF» position.*
- 4- *Add to each column 100-150 ml of preheated sulphuric acid and some drops of foam-suppressor.*
- 5- *Open the cooling circuit and turn on the heating elements (power at 90%).*
- 6- *Wait until it boils, reduce the power at 30% leave boiling during the extraction time (30 min. to 1 hour depending on the material). For more effective hydrolysis, put air pump in «soplar» position.*
7. *To stop heat. Open the vacuum circuit and place the valves in «ABSORPTION» . Fill with distilled water with the spray in each column. Repeat this process 3 times.*

**Hot basic hydrolysis:**

- 8- *Repeat the points 3 to 7 by using KOH instead of  $H_2SO_4$ .*

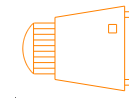
**Cold extraction with Acetone.****Do not make the cold extraction with acetone in the Dosi-fiber equipment.**

- 9- *Prepare the «Kitasatos» flask with the vacuum pump. Place the crucible in the Kitasatos inlet and add acetone at the same time that the vacuum circuit is absorbing towards the flask. Repeat it 3 times.*
- 10- *Put the samples to dry in an oven at 150°C during 1 hour.*
- 11 - *Leave them to cool inside the vacuum dryer.*
- 12 - *Weight the samples with a precision of  $\pm 0.1$  mg. The weighed quantity is  $W_1$ .*
- 13- *Ash crucible samples in a muffle furnace at 500°C during a minimum of 3 hours.*
- 14- *Leave them inside the vacuum dryer to cool. Take note of the recommendations given for the crucible handling.*
- 15- *Weigh the crucibles with a precision of  $\pm 0.1$  mg. The weighed quantity is  $W_2$ .*
- 16- *Carry out the following calculation:*

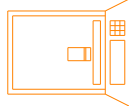
# CRUDE FIBRE DETERMINATION. Weende method.

# J.P. SELECTA, S.a.

Reactive A:  $H_2SO_4$  0.128M  
Reactive B: KOH 0.223M



Triturate sample



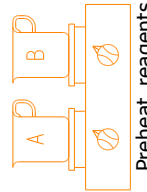
Weigh 1 to 1.5g of sample (precision  $\pm 1mg$ )  $W_0$



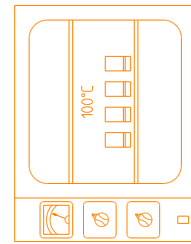
Put crucibles on grid



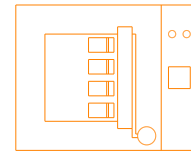
Put crucibles on Dosi-Fiber



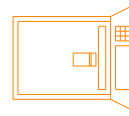
Preheat reagents



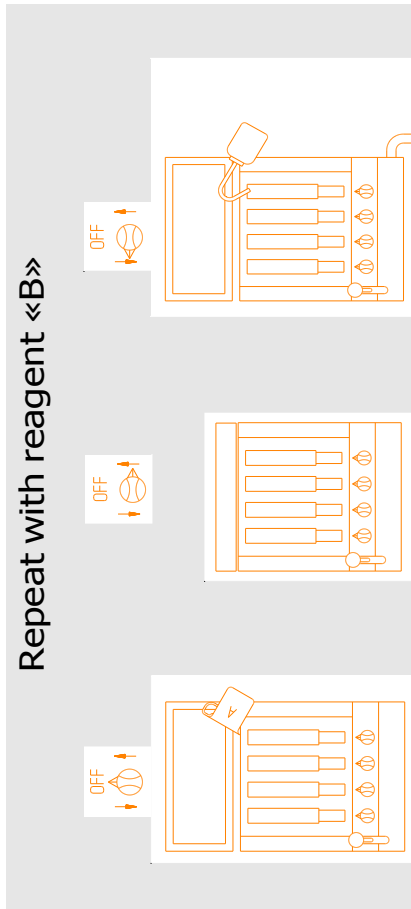
Dry samples at 150°C 1h. Left cool in a dryer glassware



Burn on a muffle at 500°C 3h. Left cool in a dryer glassware



Wait crucibles  $W_2$



Repeat with reagent «B»

Start heating. Add 120ml reactive on each column Wait boiling. Avoid foam.

Boil 30m.

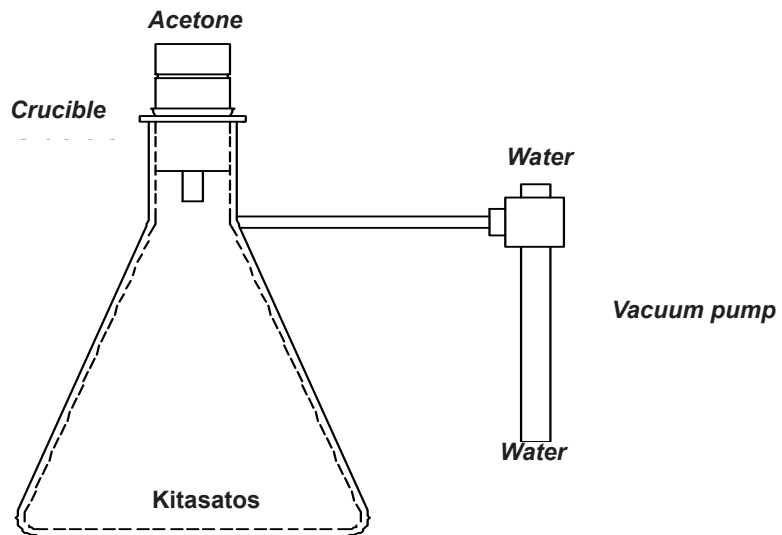
Stop heating. Empty with vacuum pump. Spray with water to remove particules from glass. Repeat 3 times.

$$\% \text{ Crude fiber} = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100$$

David Pecanins



$$\%Fiber = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100$$



## 2- CRUDE FIBER DETERMINATION BY WIJKSTRON METHOD.

Required reagents:

Sulphuric acid  $H_2SO_4$  0.32M  
(17.76 ml 96% to 1 liter with distilled water)

Potassium hydroxide KOH 0.556M  
(31.02 g to 1 liter with distilled water)

Foam-suppressor as octanol

Acetone

Required equipment:

Dosi-Fiber equipment

Scale  $\pm 0.1$ mg

Vacuum pump

«Kitasatos» flask

Porous crucibles

Muffle furnace 500°C

Oven at 150°C

Vacuum dryer

**Procedure:**

- 1- Weigh and transfer ( precision  $\pm 0.1\text{mg}$ ) of 1 to 1.5 g sample into a porous crucible. The quantity of sample is  $W_0$ .
- 2- Place the crucible into the Dosi-fiber unit.

**Hot acid hydrolysis:**

- 3- Ensure that the valves are in «OFF» position.
- 4- Add to each column 100-150 ml of preheated sulphuric acid and some drops of foam-suppressor.
- 5- Open the cooling circuit and turn on the heating elements (power at 90%)
- 6- Wait until it boils, reduce the power at 30% leave boiling during the extraction time (10 min.). For more effective hydrolysis, put air pump in «soplar» position.
7. To stop heat. Open the vacuum circuit and place the valves in «ABSORPTION» . Fill with distilled water with the spray in each column. Repeat this process 3 times.

**Hot basic hydrolysis:**

- 8- Repeat the points 3 to 7 by using KOH instead of  $H_2SO_4$ .

**Cold extraction with Acetone****Do not make the cold extraction with acetone in the Dosi-fiber equipment**

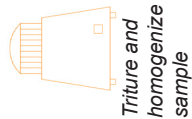
- 9- Prepare the «Kitasatos» flask with the vacuum pump. Place the crucible in the Kitasatos inlet and add acetone at the same time that the vacuum circuit is absorbing towards the flask. Repeat it 3 times.
- 10- Put the samples to dry in an oven at  $150^\circ\text{C}$  during 1 hour.
- 11 - Leave them to cool inside the vacuum dryer.
- 12 - Weight the samples with a precision of  $\pm 0.1$  mg. The weighed quantity is  $W_1$ .
- 13- Ash crucible samples in a muffle furnace at  $500^\circ\text{C}$  during a minimum of 3 hours.
- 14- Leave them inside the vacuum dryer to cool. Take note of the recommendations given for the crucible handling.
- 15- Weight the crucibles with a precision of  $\pm 0.1$  mg. The weighed quantity is  $W_2$ .
- 16- Carry out the following calculation:



# CRUDE FIBRE DETERMINATION. Wijkstrom method.

# J.P. SELECTA, S.a.

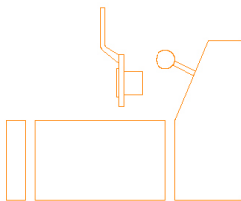
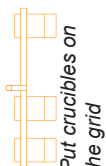
**Reagent A: H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.32M**  
**Reagent B: KOH 0.556M**



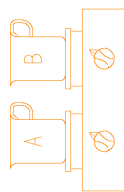
Triture and homogenize sample  
Weigh from 1 to 1.5g of sample (precisión ±1mg)  
W<sub>0</sub>



Put crucibles on the grid



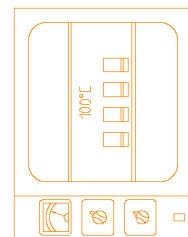
Put crucibles on Dosi-Fiber



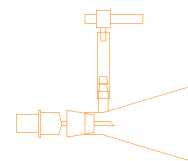
Precalentar los reactivos



Weigh the crucibles  
W<sub>1</sub>

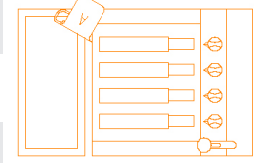


Dry the samples in an oven at 100°C for 1 h.  
Allow to cool in a desiccator.

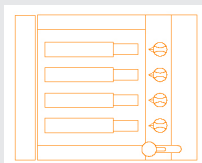


Place a crucible in the kitasato. Fill with acetone and filter it.  
Repeat 3 times.

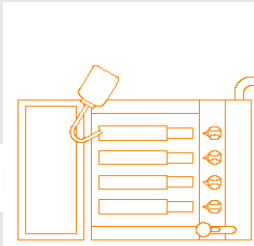
## Repeat with reagent <<B>>



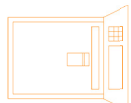
Start heating.  
Add 120ml of reagent on each column.  
Wait for boiling.  
Add some drops of antifoam.



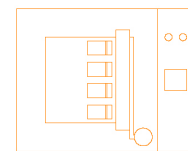
Keep boiling for 10m.



Stop heating.  
Start the vacuum tube.  
Spray distilled water to drag the particles adhered to the glass.  
Repeat 3 times.



Weigh the crucibles  
W<sub>2</sub>

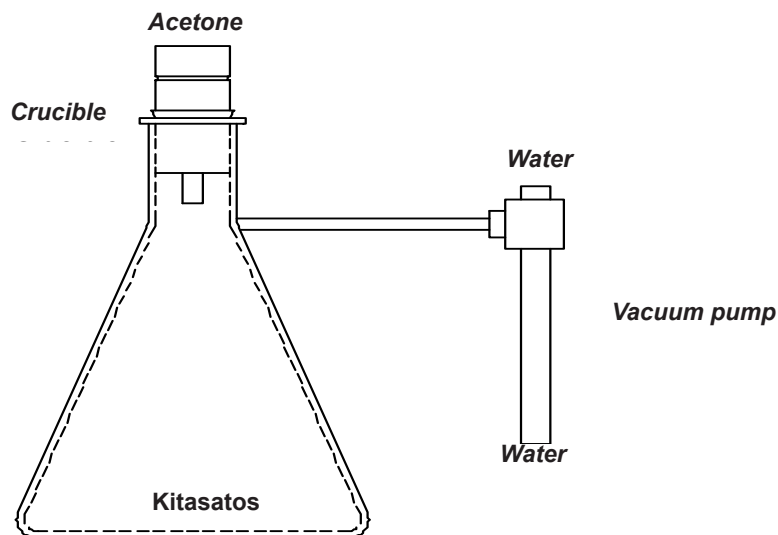


Ignite in muffle furnace at 500°C for 3 h.  
Allow to cool in desiccator.

$$\% \text{ Crude fibre} = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100$$



$$\% \text{Fiber} = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100$$



### 3- FIBER COMPOSITION DETERMINATION BY VAN SOEST METHOD.

#### - NEUTRAL DETERGENT FIBER (N.D.F):

The neutral detergent fiber is the insoluble residue in neutral detergent (sodium sulphate lauril 3% pH 7). It includes Hemicellulose, Lignine, Cellulose, Protein and Silice. Required reagents: -Neutral detergent solution (N.D.S): Make a solution containing 30 g of sodium sulphate lauril in 500 ml of distilled water and add 10 ml of 2-Etoxiethanol P.A.. Dissolve 18.61 g of EDTA  $\text{Na}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  and 6.81 g of cahidrate sodium tetraborate P.A. in 250 ml of hot distilled water. Add this solution to the above. Dissolve 4.56 g of disodium phosphate anhydre P.A. in 250 ml of hot distilled water. Add this solution to the above wich contains all the other reagents. The final pH must be between 6.9 and 7.1, if it is not, adjust with NaOH or HCl solution.

- Foam-suppressor such octanol

- Acetone

Required equipment:

Dosi-Fiber equipment  
 Scale  $\pm 0.1 \text{ mg}$   
 Vacuum pump  
 «Kitasatos» flask  
 Porous crucibles  
 Muffle furnace 500°C  
 Oven at 150°C  
 Vacuum dryer

Procedure:

- 1- *Weight and transfer ( precision  $\pm 0.1$ mg) of 1 to 1.5 g sample into a porous crucible. The quantity of sample is  $W_0$ .*
- 2- *Place the crucible into the Dosi-fiber unit.*
- 3- *Ensure that the valves are in «OFF» position.*
- 4- *Add 100 ml of neutral detergent solution (N.D.S.) to each column.*
- 5- *Open the cooling circuit and turn on the heating elements (power at 90%)*
- 6- *Wait until it boils, reduce the power by 30% and leave boiling during the extraction time (60 min.).*
7. *To stop heat. Open the vacuum circuit and place the valves in «ABSORPTION» . Fill with distilled water with the spray in each column. Repeat this process 3 times.*

#### **Cold extraction with Acetone.**



**Do not make the cold extraction with acetone in the Dosi-fiber equipment**

- 8- *Prepare the «Kitasatos» flask with the vacuum pump. Place the crucible in the Kitasatos inlet and add acetone at the same time that the vacuum circuit is absorbing toward the flask (like in the 1 and 2 methods). Repeat it 2 times.*
- 9- *Put the samples to dry in an oven at 150°C during 1 hour.*
- 10- *Leave them to cool inside the vacuum dryer.*
- 11- *Weight the samples with a precision of  $\pm 0.1$  mg. The weighted quantity is  $W_3$ .*
- 12- *Ash crucible samples in a muffle furnace at 500°C during a minimum of 3 hours.*
- 13- *Leave them inside the vacuum dryer to cool. Take note of the recommendations given for the crucible handling.*
- 14- *Weight the crucibles with a precision of  $\pm 0.1$  mg. The quantity weighted is  $W_4$ .*
- 15- *Carry out the following calculation:*

$$\% \text{ F.N.D.} = \frac{W_3 - W_4}{W_0} \times 100$$





**- ACID DETERGENT FIBER (A.D.F):**

The acid detergent fiber is the insoluble residue in acid detergent (cethyl trimethyl ammonium bromure). It includes lignine, cellulose, and silice.

Required reagents:

- Acid detergent solution (A.D.S): To add 20 g of cethyl trimethyl ammonium bromure to 1 l of sulphuric acid 1N.
- Acetone.
- Foam-suppressor such as octanol.

Required equipment:

Dosi-Fiber equipment.  
Scale  $\pm 0.1$  mg.  
Vacuum pump.  
«Kitasatos» flask.  
Porous crucibles.  
Muffle furnace 500°C.  
Oven at 150°C.  
Vacuum dryer.

Procedure:

- 1- Weight and transfer ( precision  $\pm 0.1$  mg) of 1 to 1.5 g sample into a porous crucible. The quantity of sample is  $W_0$ .
- 2- Place the crucible into the Dosi-fiber unit.
- 3- Ensure that the valve are in «OFF» position.
- 4- Add to each column 100 ml of acid detergent solution (A.D.S).
- 5- Open the cooling circuit and turn on the heating elements (power at 90%)
- 6- Wait until it boils, reduce the power by 30% and leave boiling during the extraction time (60 min.).
7. To stop heat. Open the vacuum circuit and place the valves in «ABSORPTION». Fill with distilled water with the spray in each column. Repeat this process 3 times.

**Cold extraction with Acetone**

**Do not make the cold extraction with acetone in the Dosi-fiber equipment**

- 8- Prepare the «Kitasatos» flask with the vacuum pump. Place the crucible in the Kitasatos inlet and add acetone at the same time that the vacuum circuit is absorbing toward the flask (like in the 1 and 2 methods). Repeat it 2 times.



- 9- Put the samples to dry in an oven at 150°C during 1 hour.
- 10- Leave them to cool inside the vacuum dryer.
- 11- Weight the samples with a precision of  $\pm 0.1$  mg. The weighed quantity is  $W_5$ .
- 12- Ash crucible samples in a muffle furnace at 500 °C during a minimum of 3 hours.
- 13- Leave them inside the vacuum dryer to cool. Take note of the recommendations given for the crucible handling.
- 14- Weight the crucibles with a precision of  $\pm 0.1$  mg. The weighed quantity is  $W_6$ .
- 15- Carry out the following calculation:

$$\% \text{ F.A.D.} = \frac{W_5 - W_6}{W_0} \times 100$$

**- FRACTIONALLY DETERMINATION:**

Required reagents:

- Acid detergent solution (A.D.S): To add 20 g of cethyl trimethyl ammonium bromure to 1 l of sulphuric acid 1N.
- HBr 48% solution.
- Sulphuric acid solution 72% in weight.
- Foam-suppressor such as octanol.
- Acetone.

Required equipment:

Dosi-Fiber equipment.  
Scale  $\pm 0.1$ mg.  
Vacuum pump.  
«Kitasatos» flask.  
Porous crucibles.  
Muffle furnace 500°C.  
Oven at 150°C.  
Vacuum dryer.

Procedure:

- 1- Determinate the A.D.F until the residue  $W_5$  is obtained, as in the previous procedure.
- 2- Place the crucible with the residue  $W_5$  into the Dosi-fiber unit.

- 3- *Ensure that the valves are in «OFF» position.*
  - 4- *Add 25 ml of sulphuric acid solution 72%.*
  - 5- *Put switch of air pump in “Soplar” position. Leave the extraction during 3 hours.*
  - 6- *Open the vacuum circuit and place the valves in «ABSORPTION». Fill with distilled water with the spray in each column. Repeat this process 3 times.*
  - 7- *Put the samples to dry in an oven at 150°C during 1 hour.*
  - 8- *Leave them to cool inside the vacuum dryer.*
  - 9- *Weight the samples with a precision of  $\pm 0.1$  mg. The weighed quantity is  $W_7$ .*
  - 10- *Ash crucible samples in a muffle furnace at 500°C during a minimum of 3 hours.*
  - 11- *Leave them inside the vacuum dryer to cool. Take note of the recommendations given for the crucible handling.*
  - 12- *Weight the crucibles with a precision of  $\pm 0.1$  mg. The weighed quantity is  $W_8$ .*
- $W_7$ = Lignine and minerals  
 $W_8$ = Minerals= Silice and acid detergent ashes.
- 13- *Place the crucible with the residue  $W_8$  into the Dosi-fiber unit.*
  - 14- *Ensure that the valves are in «OFF» position.*
  - 15- *Add 4 ml of HBr 48% solution.*
  - 16- *Put switch of air pump in “Soplar” position. Leave the extraction during 1.5 hours.*
  - 17- *Open the vacuum circuit and place the valves in «ABSORPTION». Fill with distilled water with the spray in each column. Repeat this process 3 times.*

#### **Cold extraction with Acetone.**



**Do not make the cold extraction with acetone in the Dosi-fiber equipment.**

- 18- *Prepare the «Kitasatos» flask with the vacuum pump. Place the crucible in the Kitasatos inlet and add acetone at the same time that the vacuum circuit is absorbing toward the flask (as in the 1 and 2 methods). Repeat it 2 times.*



19- Ash crucible samples in a muffle furnace at 500 °C during minimum 3 hours.

20- Leave them inside the vacuum dryer to cool. Take note of the recommendations given for the crucible handling.

21- Weight the crucibles with a precision of  $\pm 0.1$  mg. The weighted quantity is  $W_9$ .

$$W_9 = \text{Silice}$$

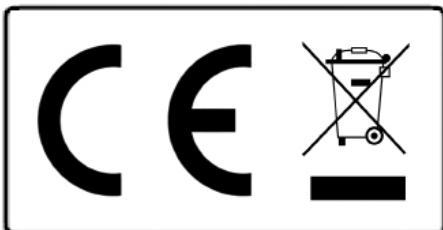
22- Carry out the following calculation:

$$\% \text{Hemicellulose} = \frac{W_3 - W_5}{W_0} \times 100$$

$$\% \text{Cellulose} = \frac{W_5 - W_7}{W_0} \times 100$$

$$\% \text{Lignine} = \frac{W_7 - W_8}{W_0} \times 100$$

$$\% \text{Silice} = \frac{W_9}{W_0} \times 100$$



#### 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.