

**DESTILADOR KJELDAHL SEMIAUTOMATICO**  
**SEMIAUTOMATIC KJELDAHL DISTILLER**

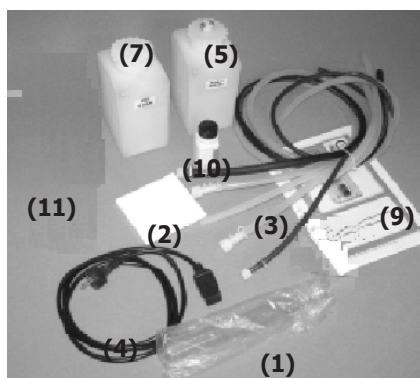
**PRO - NITRO S 4002851**

# Indice

<b>1 Lista de embalaje y accesorios</b> .....	<b>4</b>
1.1 Contenido estándar del paquete .....	4
1.2 Accesorios.....	4
<b>2 Seguridad</b> .....	<b>5</b>
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
<b>3 Introducción</b> .....	<b>7</b>
<b>4 Instalación</b> .....	<b>9</b>
4.1 Emplazamiento.....	9
4.2 Conexión a la red eléctrica .....	9
4.3 Conexiones a la red de agua y desagües. ....	9
4.4 Agua para el generador de vapor.....	9
4.5 Conexión de los depósitos de reactivos.....	9
<b>5 Funcionamiento</b> .....	<b>10</b>
5.1 Colocar/ Extraer el tubo muestra .....	10
5.2 Modos de funcionamiento .....	11
5.3 Programación de los parámetros:.....	11
5.4 Funcionamiento MANUAL .....	12
5.5 Funcionamiento AUTOMATICO.....	13
5.6 Alarmas .....	13
<b>6 Destilación de muestras</b> .....	<b>14</b>
6.1 Revisar niveles y reactivos.....	14
6.2 Precalentamiento del equipo y limpieza .....	14
6.3 Destilación (análisis de la muestra) .....	14
6.4 Interrupción del análisis .....	15
6.5 Valoración y cálculo del % de proteínas.....	15
<b>7 Reactivos</b> .....	<b>17</b>
7.1 Reactivos preparados .....	17
7.2 Preparación propia de los reactivos .....	17
<b>8 Verificación del equipo. (OQ)</b> .....	<b>17</b>
8.1 Verificación funcional. ....	17
8.2 Verificación de la recuperación con amonio sulfato. ....	18
8.3 Verificación del blanco.....	18
8.4 Verificación de la recuperación con acetanilida. ....	19
<b>9 Mantenimiento</b> .....	<b>20</b>
9.1 Limpieza del equipo:.....	20
9.2 Inspección de las mangueras (Mensual) .....	20
9.3 Preparación para el transporte o almacenamiento. ....	21
9.4 Limpieza del sensor de nivel.....	22
<b>10 Especificaciones técnicas</b> .....	<b>23</b>
<b>11 Servicio técnico</b> .....	<b>24</b>
11.1 Piezas de recambio .....	24
11.2 Esquema del conexionado hidráulico. ....	25
11.3 Esquema del conexionado eléctrico. ....	26
<b>12 El análisis de Kjeldahl paso a paso:</b> .....	<b>27</b>
12.1 Preparación de la muestra .....	27
12.2 Digestión.....	27
12.3 Dilución.....	27
12.4 Destilación .....	27
12.5 Valoración y cálculo.....	27
<b>13 Guía para la IQ y OQ</b> .....	<b>28</b>
<b>14 Garantía</b> .....	<b>29</b>
<b>15 Resolución de problemas</b> .....	<b>29</b>

# Index

<b>1 Packing list &amp; accessories</b> .....	<b>31</b>
1.1 Standard package content .....	31
1.2 Accessories .....	31
<b>2 Safety</b> .....	<b>32</b>
2.1 Safety symbols .....	32
2.2 Risks which the operator is put under .....	33
2.3 Personnel training .....	33
2.4 Proper uses of the equipment .....	33
2.5 Modifications .....	33
<b>3 Overview</b> .....	<b>34</b>
<b>4 Installation</b> .....	<b>36</b>
4.1 Suitable location .....	36
4.2 Connection to power supply .....	36
4.3 Connection to tap water and waste .....	36
4.4 Water for steam generator .....	36
4.5 Connection to reagents tanks .....	36
<b>5 Operation</b> .....	<b>37</b>
5.1 Insert/ Remove the sample tube .....	37
5.2 Operation modes .....	37
5.3 Parameters setting .....	37
5.4 MANUAL operation .....	39
5.5 AUTOMATIC operation .....	40
5.6 Alarms .....	40
<b>6 Sample analyses</b> .....	<b>41</b>
6.1 Check levels of tanks .....	41
6.2 Unit warm-up and cleaning .....	41
6.3 Distillation. (Sample analysis) .....	41
6.4 Analysis interruption .....	42
6.5 Titration and Protein contents (%) calculation. ....	42
<b>7 Reagents</b> .....	<b>43</b>
7.1 Prepared reagents .....	43
7.2 Proper reagents set up .....	43
<b>8 Checking the distiller. (OQ)</b> .....	<b>44</b>
8.1 Functional checking .....	44
8.2 Checking Nitrogen Recovery. ....	45
8.3 Blank test .....	45
8.4 Checking Nitrogen recovery with Acetanilide. ....	46
<b>9 Maintenance</b> .....	<b>47</b>
9.1 Cleaning the unit: .....	47
9.2 Hose inspection (monthly) .....	47
9.3 Preparing the unit for shipping or storing. ....	48
9.4 Level sensor cleaning .....	49
<b>10 Technical specifications</b> .....	<b>50</b>
<b>11 Technical service</b> .....	<b>51</b>
11.1 Spare parts .....	51
11.2 Hydraulic tubing diagram .....	52
11.3 Wiring diagram. (1 of 2) .....	53
<b>12 Kjeldahl analysis step by step.</b> .....	<b>54</b>
12.1 Sample preparation .....	54
12.2 Digestion .....	54
12.3 Dilution .....	54
12.4 Distillation .....	54
12.5 Titration and calculations .....	54
<b>13 Guidelines for IQ and OQ</b> .....	<b>55</b>
<b>14 Warranty</b> .....	<b>55</b>
<b>15 Troubleshooting table</b> .....	<b>56</b>



# 1 Lista de embalaje y accesorios

## 1.1 Contenido estándar del paquete

- Equipo destilador
- Tubo muestra MACRO Ø 42 (1)
- Bandeja (2)
- Tubo 1.5m entrada de agua. Alta presión, conexión de 3/8". (3)
- Tubo 1.5m salida de agua. Silicona 8x14, conexión de 3/8". (3)
- Tubo 1.5m vapor sobrante. Silicona 8x14, conexión de 3/8". (3)
- Tubo 1.5m vaciado generador. Silicona 8x14. (3)
- Tubo 1.5m salida residuos. ISOVERSINIC negro 7x12. (3)
- Cable conexión red eléctrica (4)
- Bidón 2l para NaOH (5)
- Bidón 2l para solución fijadora (7)
- Manual de instrucciones (9)
- Bote 100g de amonio sulfato (10)

## 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:

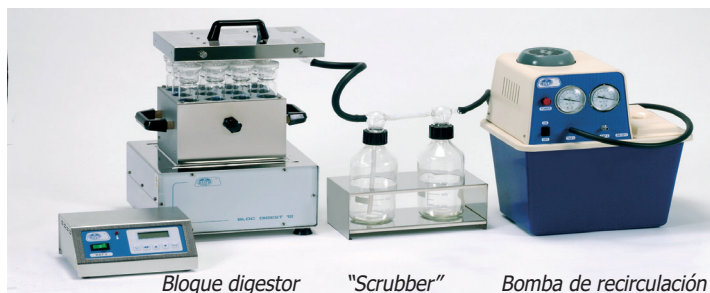
- Pinza extracción tubos 7000532
- Guante protector del calor y derrames 1001255
- Guante antiácido 5000044
- Gafas de seguridad 5028192

### 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



Bloque digestor

"Scrubber"

Bomba de recirculación

## 2 Seguridad

El equipo PRO-NITRO «S» 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 en 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 al 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 Introducción

El equipo PRO-NITRO "S" es un destilador por arrastre de vapor semiautomático (Adición de Bórico, NaOH, destilación y vaciado de la muestra), diseñado, principalmente, para la determinación del nitrógeno orgánico por el método directo de Kjeldahl.

Esta semiautomatización del proceso de análisis proporciona resultados más rápidos, precisos y fiables.

Su utilización es muy sencilla pero debe comprenderse perfectamente su funcionamiento para obtener resultados fiables y evitar la pérdida de muestras valiosas para el usuario.



Para ello antes de empezar el análisis de muestras valiosas realizar varias prácticas con las operaciones descritas en el capítulo 8 hasta obtener buenos resultados y estar completamente familiarizado con el equipo.

Empiece por identificar los diferentes componentes del analizador.

#### 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: el **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), y el **Presostato de seguridad**: interrumpe el suministro eléctrico al generador de vapor en caso de que la presión aumente excesivamente.

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

#### El circuito de destilación

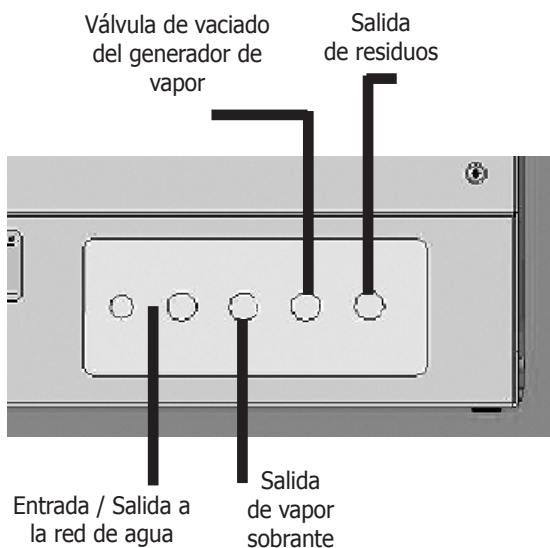
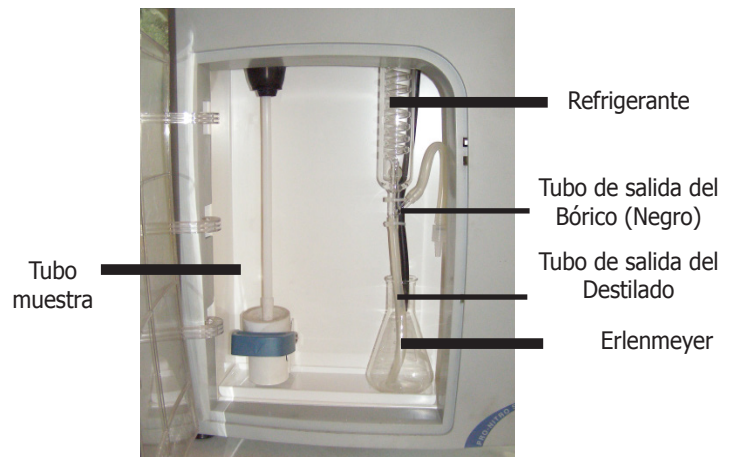
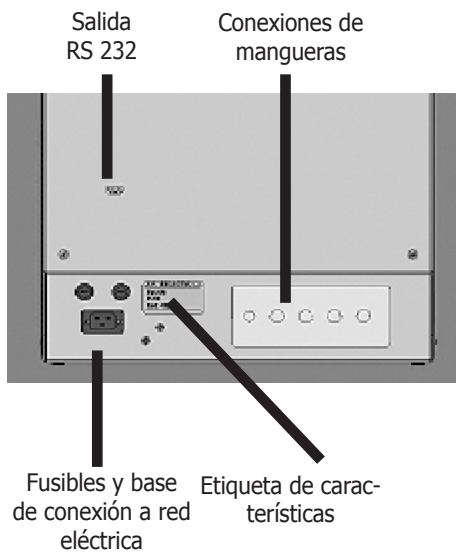
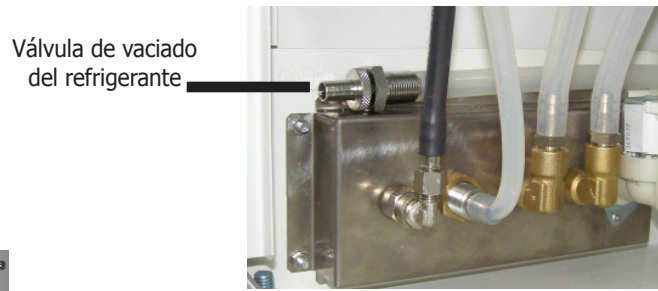
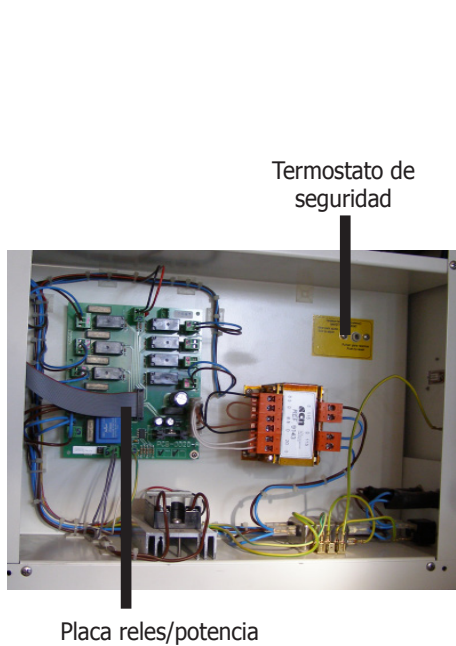
Está formado, principalmente, por dos piezas de vidrio: el **protector de arrastre**: su diseño especial evita el paso de salpicaduras de NaOH, y el **refrigerante**: condensa los vapores desprendidos de la muestra. Este vidrio está refrigerado por un circuito de agua que viene del exterior y que se abre y cierra automáticamente.

#### Sistema de adición de NaOH y de la solución fijadora de amoníaco

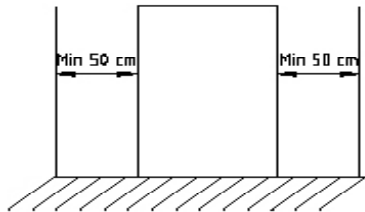
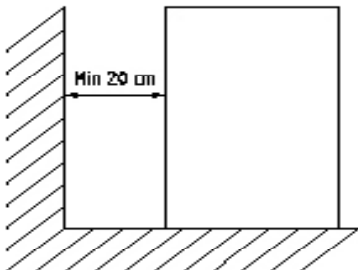
Formado por unas bombas de características especiales para dosificar NaOH directamente al tubo muestra durante la destilación y solución fijadora (Ácido Bórico con indicador) directamente al Erlenmeyer antes de la destilación.

#### Sistema de vaciado

Formado por una bomba de características especiales para vaciar el tubo muestra.







## 4 Instalación

Una vez desembalado el equipo, compruebe visualmente 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 esté 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), de «vaciado del generador de vapor» (4) y de salida de residuos (5) 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 sumergido en el agua, ni doblado de forma que pueda quedar obturado.

### 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 capacidad, debe utilizarse con una conductividad mínima de 20 microSiemens y sin exceso de cal, para alargar la vida del generador de vapor.

Puede obtener agua de estas características, directamente de un equipo de agua desmineralizada. Si la conductividad es inferior puede añadirse unos 50mg de Sal o de Carbonato de sodio (para 10L. de agua).



Depósitos de reactivos



### 4.5 Conexión de los depósitos de reactivos

Por la puerta de la tapa izquierda del equipo se accede a los depósitos de reactivos de NaOH y Solución fijadora (Ácido Bórico). Conectar cada uno a la manguera indicada con el nombre.

## 5 Funcionamiento

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 la red y realizadas las conexiones a la red de agua (4.3) y rellenado el depósito de agua (según 4.4), pulse el interruptor principal para poner en marcha el equipo.

**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.

Al poner en marcha el equipo por primera vez, la bomba de agua empieza a funcionar, de forma automática, para llenar el generador de vapor. Esta operación suele durar unos 40 segundos. A los 15seg suena una alarma y el equipo se bloquea. Detener el equipo pulsando el interruptor principal esperar 3 ó 4 segundos y ponerlo en marcha de nuevo. Repetir el proceso 3 ó 4 veces hasta que el generador de vapor alcance su nivel normal. La bomba se detendrá de manera automática y no sonará la alarma.

Si no se detiene, compruebe que ha rellenado el depósito de agua, y que esta tiene la conductividad adecuada. (Ver 4.4)



### 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.

### 5.1 Colocar/ Extraer el tubo muestra

- Abrir la puerta de seguridad.
- 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.



### 5.2 Modos de funcionamiento

Una destilación Kjeldahl consiste en la siguiente secuencia de operaciones:

- Dosificar Ácido Bórico + Indicador en el Erlenmeyer de recogida.
- Dosificar NaOH a la muestra.
- Destilar por arrastre de vapor durante un tiempo determinado.
- Vaciar el tubo muestra hacia el desagüe.

El equipo PRO-NITRO «S» puede realizar estas operaciones de forma secuencial (modo «AUTOMÁTICO») o realizar cada operación en modo «MANUAL» por separado.

El equipo puede funcionar sin vigilancia, una vez se ha ajustado el tiempo de destilación.

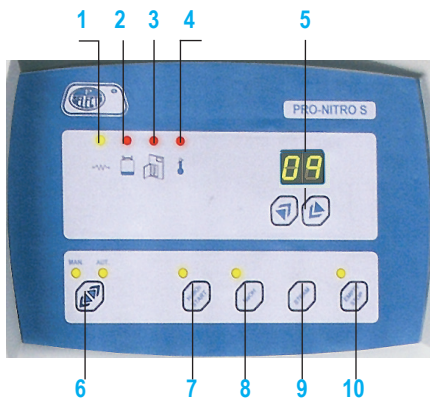


Fig. 5.1 Panel de control.

**PROGRAMACIÓN DE LOS PARÁMETROS**




**Valores por defecto:**

Alarma «Steam»:	36
% Calefacción:	5
Potencia de destilación:	80%
Dosificación Ácido Bórico:	4
Dosificación NaOH:	12









**5.3 Programación de los parámetros**

Válido tanto para funcionamiento en modo MANUAL o AUTOMÁTICO.









• **Programar el tiempo de destilación**

- Pulsar 
- Con las teclas   seleccionar el tiempo de destilación (minutos).










• **Programar el tiempo de alarma «Steam» (falta de agua en el generador de vapor)**

- Pulsar 
- Mantener pulsadas las teclas   a la vez unos 10 s. hasta que en el display aparecen unos guiones.
- Pulsar  para seleccionar steam (el display muestra el valor actual).
- Mediante las teclas   seleccionar el tiempo (por defecto 36)
- Pulsar  para validar el cambio.
- Pulsar  para salir del modo de configuración.

• **Programar % de calefacción en reposo**

- Pulsa 
- Mantener pulsadas las teclas   a la vez unos 10 s. hasta que en el display aparecen unos guiones.
- Pulsar  para seleccionar % (el display muestra el valor actual).
- Mediante las teclas   seleccionar % de calefacción (por defecto 5)
- Pulsar  para validar el cambio.
- Pulsar  para salir del modo de configuración.

• **Programar potencia de destilación**

- Pulsa las teclas   durante 5 segundos hasta que en el display aparecen unos guiones.
- Pulsar  y  y el display muestra el valor actual.
- Mediante las teclas   modificar el valor.
- Pulsar  y  para validar el cambio.
- Pulsar  para salir del modo de configuración.

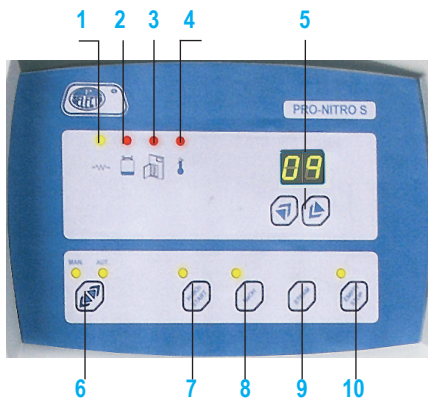


Fig. 5.1 Panel de control.

**Indicadores de estado:**

1. Calefacción en funcionamiento.
2. Falta de agua en el depósito.
3. Puerta de seguridad abierta o tubo muestra no presente.
4. Exceso de temperatura en el generador de vapor.

**Display y teclas de selección.**

5. Display numérico.
5. Teclas de aumentar /disminuir.









**Teclas de función.**

6. Selección del modo de funcionamiento entre Manual y Automático.
7. **H3BO3 / START**  
Modo «MANUAL»: Dosif. Bórico.  
Modo «AUTO.»: Inicio ciclo.
8. **NaOH**  
Modo «MANUAL»: Dosif. NaOH.  
Modo «AUTO.»: Sin función.
9. **STEAM**  
Modo «MANUAL»: Destilación.  
Modo «AUTO.»: Sin función.
10. **EMPTY/STOP**  
Modo «MANUAL»: Vaciar tubo.  
Modo «AUTO.»: STOP











Fig. 5.2 Pulsador e indicador del modo de funcionamiento.





**• Programar la dosificación de NaOH:**

- Pulsar .
- Mantener pulsadas las teclas   a la vez unos 10 s. hasta que en el display aparecen unos guiones.
- Pulsar  para seleccionar NaOH.
- Mediante las teclas   seleccionar el tiempo de funcionamiento de la bomba dosificadora de NaOH (de 4 hasta 99 por defecto 12).
- Pulsar  para validar el cambio.
- Pulsar  para salir del modo de configuración.
- Aproximadamente cada segundo son unos 5 ml.

**• Programar la dosificación de ácido Bórico:**

- Pulsar .
- Mantener pulsadas las teclas   a la vez, unos 10 s. hasta que en el display aparecen unos guiones.
- Pulsar  para seleccionar H3BO3.
- Mediante las teclas   seleccionar el tiempo de funcionamiento de la bomba dosificadora de ácido Bórico (de 4 hasta 99 por defecto 4).
- Pulsar  para validar el cambio.
- Pulsar  para salir del modo de configuración.
- Aproximadamente cada segundo son unos 10 ml.

**5.4 Funcionamiento MANUAL**


- Seleccionar modo MANUAL. Pulsar .
- Establecer los parámetros (Ver 5.3) de dosificación y tiempo de destilación.
- Insertar el tubo muestra y el frasco Erlenmeyer para recoger el destilado.
- **Dosificar el ácido Bórico:** - Pulsar .  
El equipo dosifica el ácido Bórico en el Erlenmeyer.
- **Dosificar el NaOH:** - Pulsar .  
El equipo dosifica el NaOH en el tubo muestra.
- **Iniciar la destilación:** - Pulsar .  
Se inicia la destilación y se detiene transcurrido el tiempo programado.

- **Vaciar el tubo muestra:** - Pulsar  mantenerlo apretado durante algunos segundos.

El equipo inicia el vaciado del tubo muestra hacia la salida de residuos.

Puede detenerse la destilación, en cualquier momento, pulsando .

## 5.5 Funcionamiento AUTOMÁTICO

- Seleccionar modo AUTOMÁTICO. Pulsar .
- Establecer los parámetros (Ver 5.3) de dosificación y tiempo de destilación.

- Insertar el tubo muestra y el frasco Erlenmeyer para recoger el destilado.

- **Inicio del programa:** - Pulsar .

El equipo realiza la siguiente secuencia:

- Dosifica el ácido Bórico en el Erlenmeyer.
- Dosifica el NaOH en el tubo muestra.
- Destila el tiempo de destilación programado y se detiene.

- **Vaciar el tubo muestra:** - Pulsar  mantenerlo apretado durante algunos segundos.

El equipo inicia el vaciado del tubo muestra hacia la salida de residuos.

Puede detener la destilación, en cualquier momento, pulsando .



### Nota:

Los parámetros de tiempo de destilación, volumen de NaOH y volumen de ácido Bórico quedan almacenados en el equipo.

## 5.6 Alarmas

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

### (2) Alarma de falta de agua en el generador de vapor.

Indica que el control de nivel detecta un nivel bajo de agua durante un tiempo excesivo. El circuito de control interrumpe la destilación.

Probablemente el depósito de agua está vacío o el agua no tiene la conductividad adecuada.

### (3) Alarma de puerta abierta o sin presencia de tubo.

La puerta de seguridad está abierta o no se ha colocado un tubo muestra.

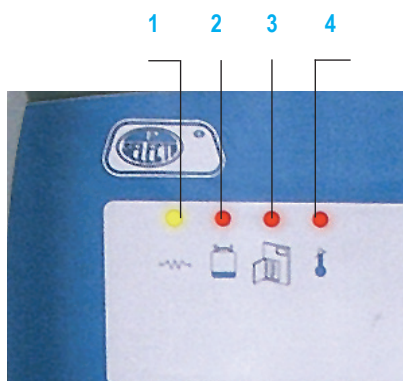
Esta alarma bloquea la destilación y la adición de NaOH.

### (4) Alarma de exceso de temperatura.

El exceso de temperatura en el generador de vapor ha disparado el termostato de seguridad. Bloquea la destilación.

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.



### Indicadores de estado y alarma.

1. Calefacción en marcha.
2. Alarma de falta de agua.
3. Alarma de puerta abierta.
4. Alarma de temperatura excesiva.

## 6 Destilación de muestras

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



Revisar el nivel de agua

**Nota:** antes de empezar el análisis de muestras valiosas, practicar con las operaciones descritas en 8.1, 8.2 y 8.4 hasta obtener buenos resultados y estar completamente familiarizado con el equipo.

### 6.1 Revisar niveles y reactivos

Antes de empezar el análisis de un lote de muestras, revisar:

#### Nivel del depósito de agua del generador de vapor

Rellenarlo con agua desmineralizada.

Asegurar su conductividad añadiendo unos 50mg de carbonato sódico o NaCl.

La capacidad del depósito es de unos 6 litros, suficiente para analizar más de 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. Para evitar la obstrucción de la Bomba de NaOH, se debe procurar que la NaOH esté perfectamente disuelta. Sin partículas sólidas flotando.



#### Nivel de solución fijadora de amoníaco

Rellenar con solución fijadora (ácido Bórico + indicador mixto) el botellón de 2 litros, situado en el interior del equipo.

**Nota:** Ver apartado 7.2 para preparar la solución fijadora de amoníaco.

#### Cebado de los dosificadores

Los circuitos de dosificación de NaOH y Bórico debe estar libres de aire y cebados para que la dosificación sea correcta.

Después de cada operación de relleno de los depósitos debe vigilar que no existan burbujas de aire. Ver 5.1.2 y 8.1 para conocer como realizar las operaciones de cebado.



Revisar el nivel de reactivos antes de iniciar una sesión de análisis de muestras

### 6.2 Pre calentamiento del equipo y limpieza

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, un Erlenmeyer y destilar durante unos 5 minutos.

### 6.3 Destilación (análisis de la muestra)

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

- Abrir la puerta de seguridad.
- Situar un Erlenmeyer para recoger el destilado a la salida del refrigerante.



**Verificar, visualmente que la salida del tubo de destilado queda sumergida en el ácido Bórico.**

- Colocar el tubo muestra. Ver 5.1
- Seleccionar Modo MANUAL o AUTOMÁTICO e iniciar el programa. Ver apdo 5.
- Esperar el fin de la destilación. Aviso acústico.
- Vaciar el tubo muestra.
- Abrir la puerta de seguridad.
- Extraer el tubo muestra. Ver 5.1
- El equipo queda preparado para analizar la siguiente muestra. No es necesaria ninguna operación de limpieza, si no se ha producido ninguna anomalía.



#### Controles visuales durante el análisis:

Pueden realizarse unos controles visuales a partir del color que toman las soluciones del tubo muestra y del colector.

Estos controles pueden servir al principio para establecer los parámetros del análisis y también para resolver anomalías.

#### Control visual en el tubo muestra:

La cantidad de NaOH es suficiente, cuando la muestra toma un color azulado (si se utiliza catalizador de sulfato de cobre). De no ser así programar más volumen de NaOH en las siguientes muestras.

**Control visual en el Erlenmeyer:** El color inicial debe ser el de la solución fijadora (violeta con indicador mixto, rojo con 5 mixto). Si es verde o gris, es debido a restos de la muestra anterior no neutralizados. En este caso detener el análisis y proceder a la limpieza del equipo.

#### 6.4 Interrupción del análisis

Para interrumpir el análisis, pulsar la tecla «STOP».



**Nota:** La interrupción del análisis dejará en el equipo restos no neutralizados que afectarían al resultado de la muestra siguiente. Se necesita un proceso de limpieza (Ver 6.2), antes de proceder al análisis de otras muestras.

#### 6.5 Valoración y cálculo del % de proteínas

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

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

Valorar hasta el viraje completo del color. Con indicador mixto, el viraje va del verde al violeta (o rojo con mixto 5).

A partir del volumen (ml) de HCl dosificado en la valoración, calcular 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.

#### Principales factores proteínicos

Almendras	5,18
Nueces	5,30
Nueces - cacahuètes,	5,41
Gelatina	5,55
Soja	5,71
Cebada, avena, centeno	5,83
trigo, harina entera	5,83
Harinas (no entera)	5,70
Arroz	5,95
Maíz	6,25
Todos los otros alimentos	6,25
Salvado	6,31
Leche y lácteos	6,38

## 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 <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.1N SV	PANREAC 181061
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 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 «S» 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 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) deben trabajarse con extrema precisión. Cualquier error en la concentración es un error en el resultado del Nitrógeno detectado y del % de proteínas.





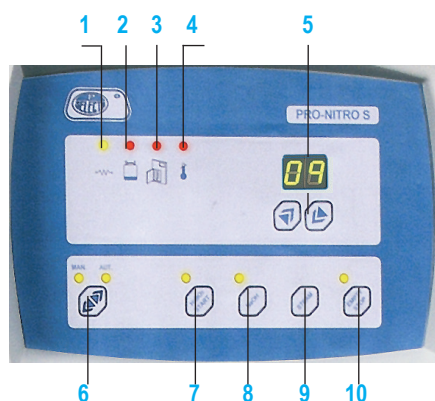


Fig. 5.1 Panel de control.

## 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 al finalizar la instalación y también para algunas tareas de mantenimiento.

#### 8.1.2 Verificar el llenado del generador de vapor.


Al poner en marcha el equipo por primera vez, la bomba de agua empieza a funcionar, de forma automática, para llenar el generador de vapor. Esta operación suele durar unos 40 segundos. A los 15 s suena una alarma y el equipo se bloquea. Detener el equipo pulsando el interruptor principal esperar 3 ó 4 segundos y ponerlo en marcha de nuevo. Repetir el proceso 3 ó 4 veces hasta que el generador de vapor alcance su nivel normal. La bomba se detendrá de manera automática y no sonará la alarma.

Si, transcurre más de 1 minuto y el llenado del generador de vapor no se detiene, parar el equipo por el interruptor principal. Probablemente el depósito no tiene agua, o está no tiene la conductividad adecuada.

En este caso: Revisar, vaciar el generador de vapor abriendo el grifo de desagüe y repetir la operación.

#### 8.1.3 Verificar la dosificación de solución fijadora.


Colocar un tubo muestra MACRO y un Erlenmeyer y programar un volumen de Bórico. Ver Apartado 5

Pulsar  esto provoca que la bomba dosificadora de solución fijadora empieza a trasvasar la solución desde el depósito hasta el Erlenmeyer. Verificar visualmente que el líquido llega al Erlenmeyer y que el tubo de salida de destilado queda sumergido. Realizar esta operación cuando se necesite cebar el circuito de dosificación. Si el circuito no está cebado la dosificación no será correcta.



#### 8.1.4 Verificación de la dosificación de NaOH.

Colocar un tubo muestra MACRO. Programar un volumen de NaOH. Ver Apartado 5

Pulsar , esto provoca que la bomba dosificadora de NaOH empieza a trasvasar desde el depósito hasta el tubo muestra. Verificar visualmente que el líquido llega al tubo muestra.


Realizar esta operación cuando se necesite cebar el circuito de dosificación. Si el circuito no está cebado la dosificación de NaOH no será correcta.



#### 8.1.5 Verificación de la destilación «Limpieza»

Esta operación se utiliza frecuentemente durante la utilización del PRO-NITRO «S» porque realiza una lavado del equipo. También se utiliza para su pre-calentamiento.

Colocar un tubo muestra MACRO y un Erlenmeyer con unos 25ml de agua destilada.

En modo MANUAL pulsar , esto provoca el inicio de la producción de vapor y la circulación de agua refrigerante. Cuando el equipo está a régimen de temperatura destila a razón de unos 30 - 40 ml por minuto.

Dejar unos 5 minutos destilando, pulsar  para detener la destilación.



### Como escoger el peso de la muestra a analizar de sulfato amónico

El volumen de HCl ( $Vol_{HCl}$ ) para un análisis rápido debe estar entre 6 y 12 ml.

A partir de la expresión:

$$P_1 \text{ (mg)} = 14 \times Vol_{HCl} \text{ (ml)} \times N_{HCl}$$

Se deduce:

$$P_0 \text{ (mg)} = \frac{14 \times Vol_{HCl} \text{ (ml)} \times N_{HCl}}{0.212}$$

Y se obtiene la tabla:

Normalidad	Muestra de sulfato amonio
0,05	20 ... 40 mg
0,1	40 ... 90 mg
0,25	100 ... 200 mg
0,5	200 ... 400 mg

Se puede preveer el Volumen de HCl ( $Vol_{HCl}$ ) que ha de consumir en la valoración a partir de la expresión:


$$P_1 \text{ (mg)} = 14 \times Vol_{HCl} \text{ (ml)} \times N_{HCl}$$

De la que se deduce que el consumo de HCl debe ser:

$$Vol_{HCl} \text{ (ml)} = 14 / [P_1 \text{ (mg)} \times N_{HCl}]$$

### 8.1.6 Verificación del vaciado del tubo muestra

Colocar un tubo muestra MACRO con unos 100ml de agua destilada.

En modo MANUAL pulsar , se inicia el vaciado del contenido del tubo muestra hacia el desagüe por la salida de residuos.

### 8.2 Verificación de la recuperación con amonio sulfato

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

Realizar esta operación para familiarizarse con el equipo, antes de utilizarlo para analizar muestras valiosas.

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 (50mg reactivo 0.1N) de amonio sulfato. El peso exacto será  $P_0$
- La cantidad exacta de Nitrógeno es:  $P_1 \text{ (mg)} = P_0 \times 0,212$
- Añadir unos 25ml de  $H_2O$ .
- Destilar añadiendo 25ml de NaOH
- Una vez destilado y valorado (utilizar HCl 0.25N (0.1N) para la valoración) según el apartado 6.5, obtenemos el nitrógeno (mg) detectado:  $P_2$

$$P_2 = 14 \times Volumen_{HCl} \text{ (ml)} \times Normalidad_{HCl}$$

- 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 15ml 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.



Realizar esta operación, varias veces, para familiarizarse con el equipo y el análisis de Kjeldahl, antes de utilizarlo para analizar muestras valiosas.

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:

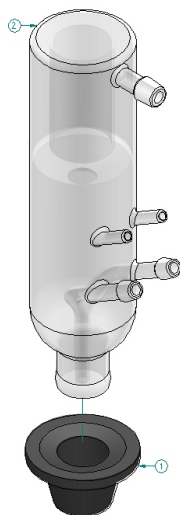
Si se utiliza un tubo MICRO, utilizar 0.3g de acetanilida, 5ml de ácido sulfúrico, y una tableta de catalizador. En la dilución añadir 10ml de agua.

Destilar añadiendo 35ml 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 y solución fijadora del conector de manguera del depósito.



## 9 Mantenimiento

El destilador PRO-NITRO «S» 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. (Ver 6.2)

#### 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 de los circuitos de NaOH y Bórico (Mensual)

Limpiar, con agua destilada, los restos de NaOH y de solución fijadora que se observen en el conector de manguera de los depósitos.

- **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 , hasta llenar el tubo muestra.

Repetir la operación con el depósito de Solución fijadora.

#### 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.

### 9.2 Inspección de las mangueras (Mensual)

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

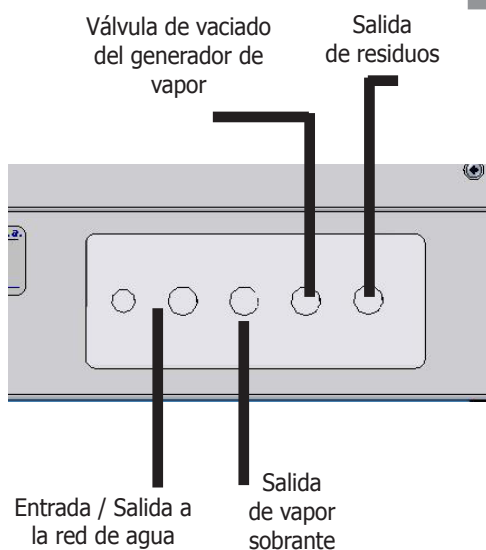
Una vez el destilador ha sido utilizado, deben tomarse estas precauciones para su transporte o almacenamiento.

#### 9.3.1 Extraer completamente los reactivos del equipo:

- 1.- Limpiar el equipo siguiendo las instrucciones anteriores.
- 2.- Vaciar seguidamente los depósitos



**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 la «válvula de vaciado del generador de vapor».
- 2.- Poner el equipo en marcha, esperar a que la bomba vacíe toda el agua del depósito. Se activará la alarma «STEAM» detener el equipo y poner de nuevo en marcha transcurridos 3 ó 4 segundos utilizando el interruptor principal.

##### • Vaciado del circuito refrigerante

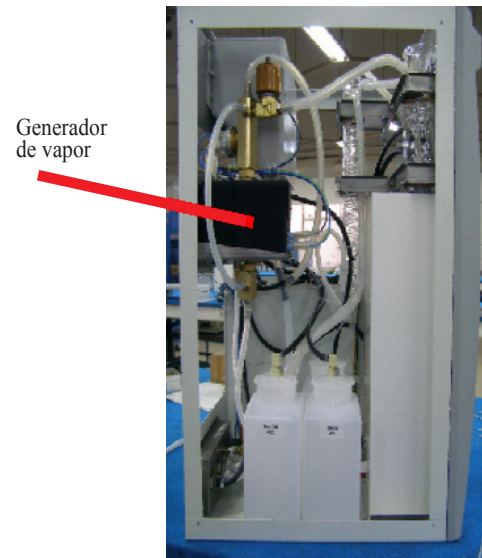
- 1.- Abrir la «válvula de vaciado del refrigerante».
- 2.- Soplar por el tubo de **salida** de agua refrigerante. El agua **saldrá** por la válvula de vaciado del refrigerante.



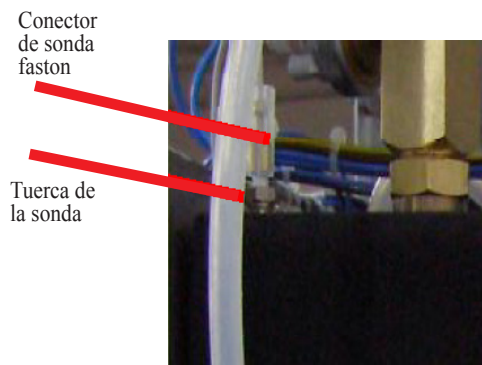
Válvula de vaciado del refrigerante



**ATENCIÓN**  
No transporte el equipo sin haber extraído los reactivos (NaOH, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) y el agua.  
Durante el transporte, las fugas de reactivos y agua pueden caer sobre componentes vitales del equipo y causarle daños.  
Durante el transporte, se puede producir el vertido de reactivos y agua al exterior del embalaje.



Generador de vapor

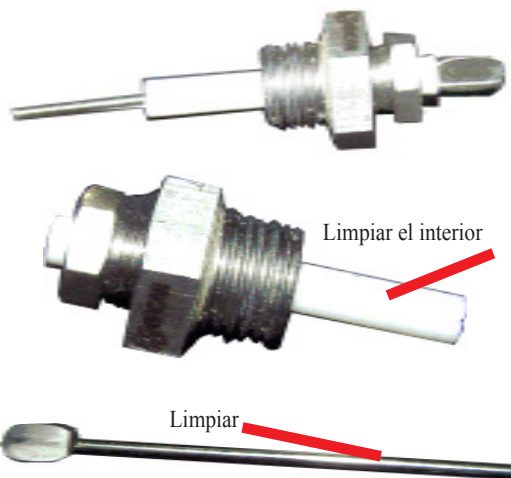


Conector de sonda faston

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:

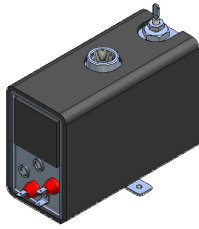
- La dureza del agua utilizada.
- El uso del equipo.

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

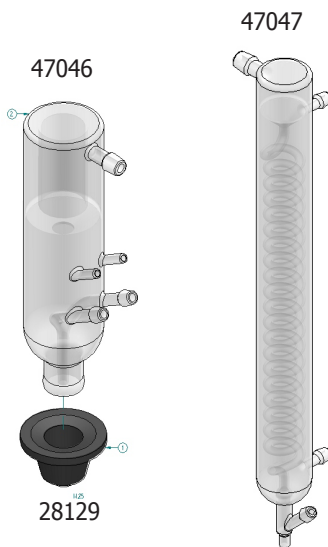
- Extraer la tapa lateral de la izquierda (6 tornillos)
- Localizar el generador de vapor.
- Desconectar el conector de la sonda (Cable blanco con conector FASTON)
- Desenroscar el sensor con una llave de 19mm.
- Desenroscar la sonda con una llave fija de 12mm.
- Extraer la varilla de su alojamiento 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 <sup>2</sup> )
Peso (Neto):	45 Kg
Medidas: Fondo x Ancho x Alto	500 x 490 x 740 mm
Volumen depósito agua:	6 litros
Volumen depósito NaOH, H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> y HCl:	2 litros
Recuperación nitrógeno:	>99.5%
Rango de detección:	0.1 a 200 mg
Reproductibilidad:	Desviación estándar Relativa < 1%
Velocidad de destilación:	Aprox. 30 - 40 ml/minuto.
Duración de un análisis 50mg N:	6 minutos. aprox.
Duración de un análisis 100mgN:	9 minutos, aprox.
Racord entrada agua refrigerante:	3/4"
Racord salida agua refrigerante:	3/4"
Racord salida vapor sobrante:	3/4"
Dosificación bomba NaOH:	de 0 a 250ml ±5%
Dosificación bomba H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	de 0 a 100ml ±5%
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.
Salida titrador automático:	Conector 9 pins macho. Pin 1(señal) , pin 5 (GND).



32052 Generador de vapor

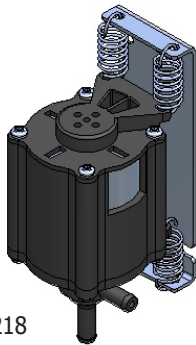


47046

47047

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.
- 24218** Bomba Agua y vaciado de la muestra.
- 24278** Bomba KNF (NaOH y Solución fijadora).
- 28129** Goma de cierre.
- 28403** Bandeja.
- 32052** Generador de vapor 1800W.
- 47046** Protector de arrastre.
- 47047** Refrigerante.
- 47259** Válvula antirretorno.
- 29336** Placa potencia PRO-NITRO «S»
- 29337** Placa frontal/control PRO-NITRO «S»
- 29530** Nivel

Mangueras:

- |              |                                 |                              |
|--------------|---------------------------------|------------------------------|
| <b>46030</b> | <b>Tubo de teflón 8x10</b>      | Tubo sumergido en la muestra |
| <b>46041</b> | <b>Tubo silicona 8x14</b>       | Para agua y vapor.           |
| <b>46042</b> | <b>Tubo silicona 6x10</b>       | Para agua y vapor.           |
| <b>46143</b> | <b>Manguera de presión</b>      | Conexión a la red de agua    |
| <b>46084</b> | <b>ISO VERSINIC negro 10x14</b> | Unión entre vidrios.         |
| <b>46139</b> | <b>ISO VERSINIC negro 6x10</b>  | NaOH y Bórico                |

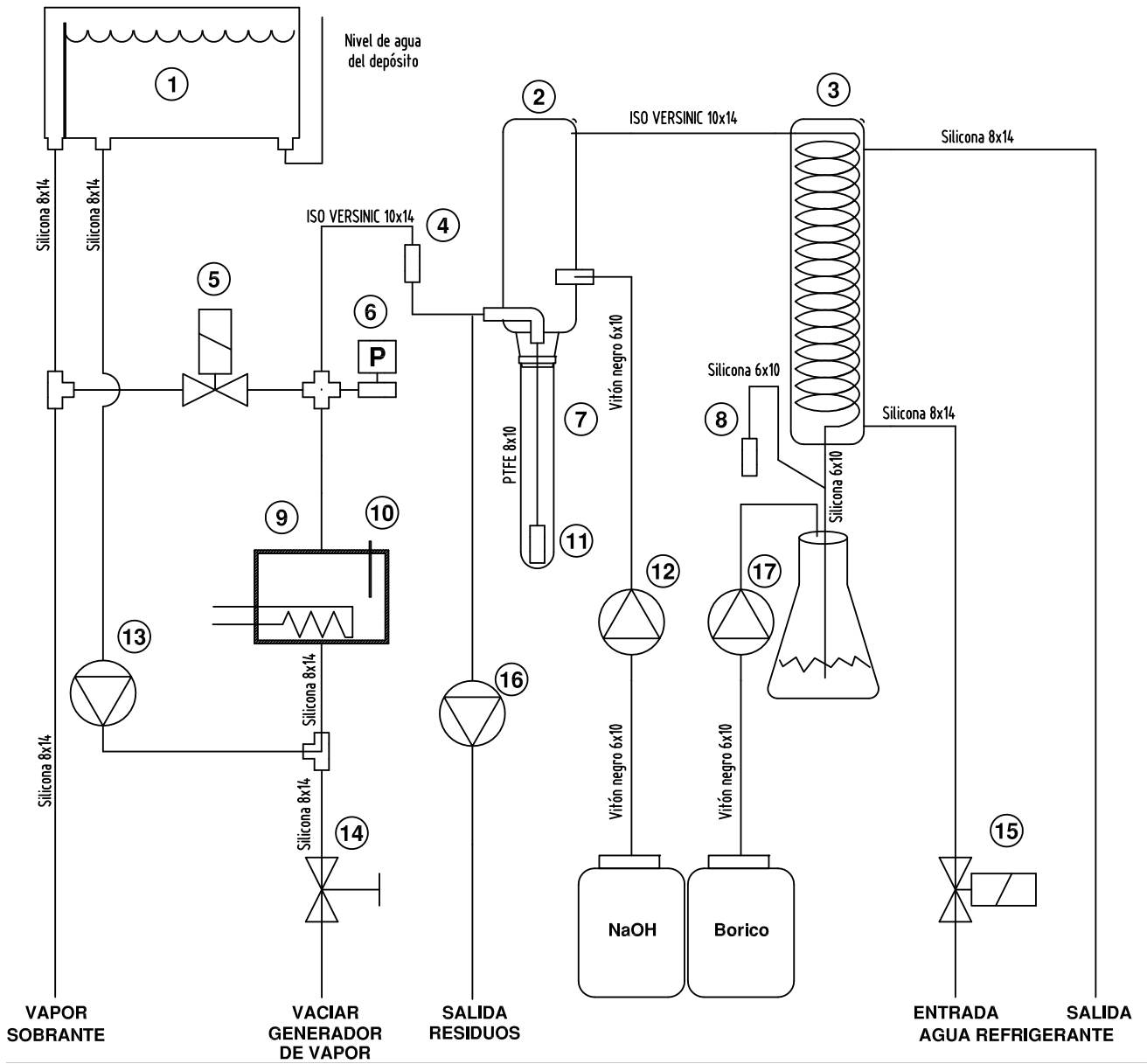


### ATENCIÓN

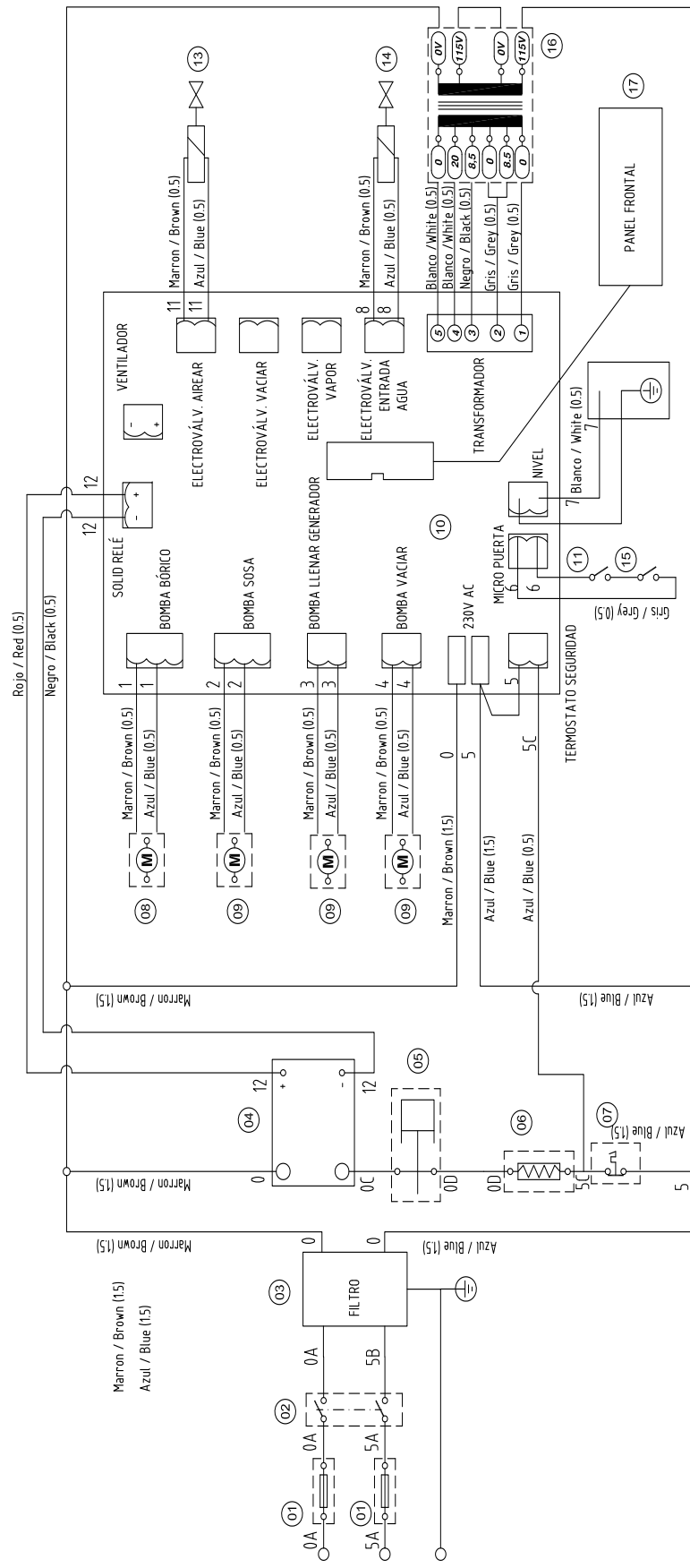
Antes de realizar cualquier trabajo en el interior del equipo  
DESCONECTARLO de la RED ELÉCTRICA



### 11.2 Esquema del conexionado hidráulico



### 11.3 Esquema del conexionado eléctrico



## 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<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 96-98% y 1 tableta de catalizador. (Para el tubo micro, el máximo de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 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, cautelosamente, 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 sin 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
- Programar 50ml de Solución fijadora (ácido Bórico con 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<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1 o 0.25 N hasta el cambio de color (punto final: pH 4.65).
- Realizar el cálculo: mg de Nitrógeno = 14 \* Volumen<sub>HCl</sub> \* 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.

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

P2: Nitrógeno (mg).

P0: Peso de la muestra (mg).

F: Factor proteínico.  
(6.25 por defecto)

## 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 las siguientes 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 1% 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: 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.

## 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.**

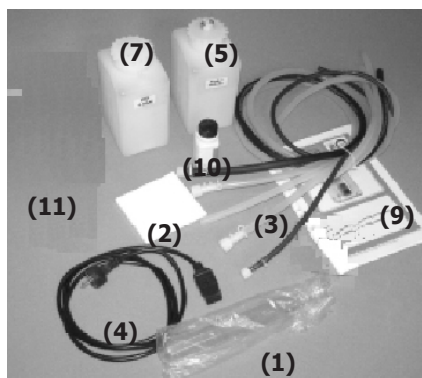
Se activa esta alarma cuando en el generador de vapor se alcanzado una temperatura excesiva. En esta situación el elemento calefactor queda desconectado por el termostato y la electrónica de control bloquea todas las funciones del equipo.

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.

## **English Version**

# 1 Packing list & accessories



## 1.1 Standard package content

- Distilling unit (1)
- MACRO size sample tube Ø 42 (1)
- Tray (2)
- Tube 1.5m incoming water. High pressure, coupling 3/8" (3)
- Tube 1.5m water outlet. Silicone 8x14, coupling 3/8". (3)
- Tube 1.5m remaining steam. Silicone 8x14, coupling 3/8". (3)
- Tube 1.5m generator emptying. Silicone 8x14. (3)
- Tube 1.5m waste outlet. ISOVERSINIC 7x12 (3)
- Power supply wire (4)
- 2 litre tank for NaOH (5)
- 2 litre tank for Fixative solution (7)
- Instructions Manual (9)
- Flask 100g of Ammonia sulphate. (10)

## 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

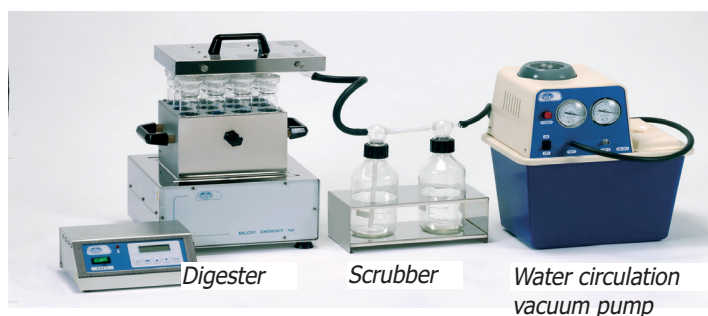


Complete digestion sets

- 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



Digester

Scrubber

Water circulation vacuum pump

## 2 Safety

PRO-NITRO "S" 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 signalled 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 exposed**

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 be operated by personnel trained and 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 Overview

The PRO-NITRO "S" is a SEMI-Automatic steam distillation unit. That means that performs the sequence : Boric adding, NaOH adding, timed distillation and sample empty to waste.

This automation degree assures more reliable and robust results.

It is very easy to use but its operation must be perfectly known in order to get good results and to avoid losing valuable samples.



Before starting to analyse valuable samples do some training sessions running the operations related on the chapter 8, until the operator be familiar with the unit.

Please, start to identify the name of the analyser components:

#### **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), and the: **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**

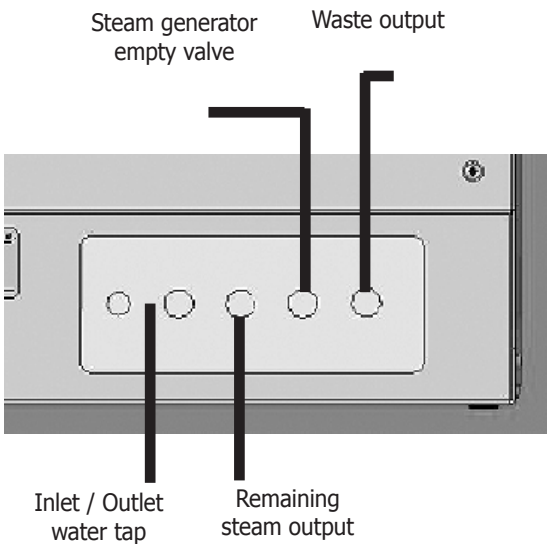
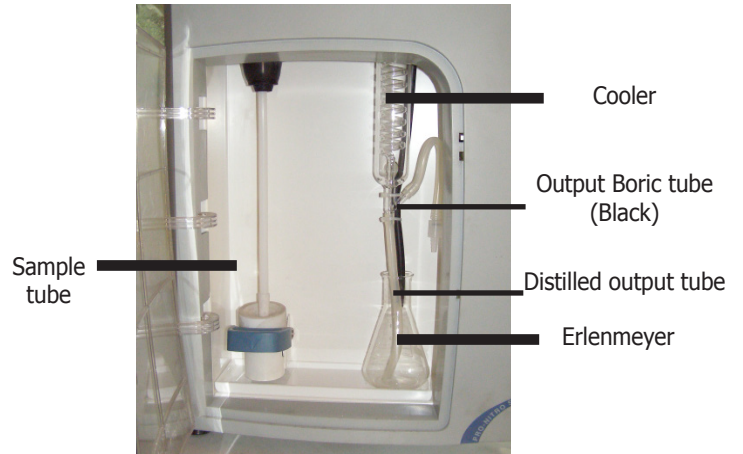
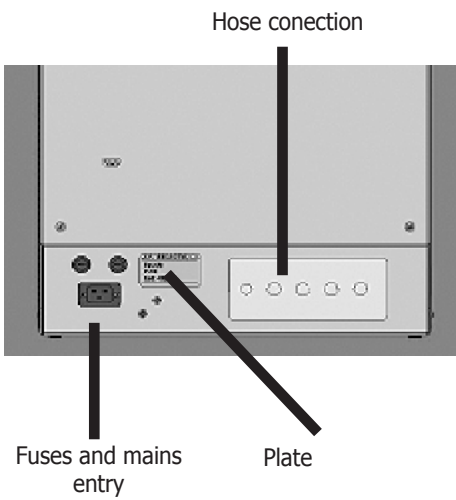
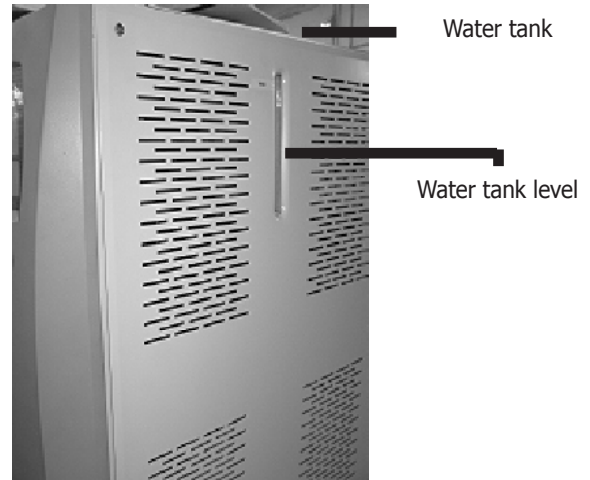
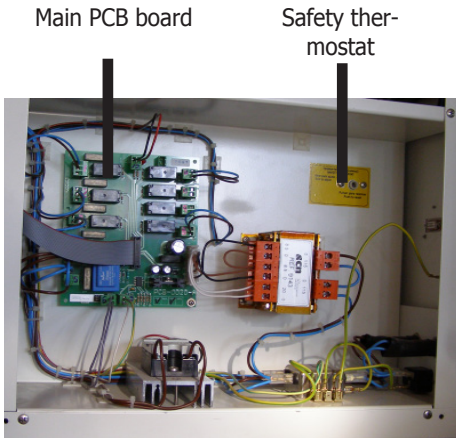
It is made, mainly, by two glassware parts: the **splash protector**: Its special design avoids that NaOH splash reach the cooler glassware, and the: **cooler**: It condensates the steams that are leaking from the sample. This glassware is cooled by a water circuit that comes from an external tap. An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

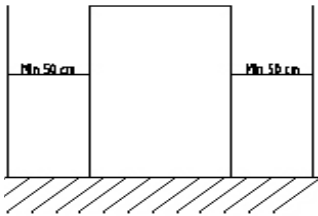
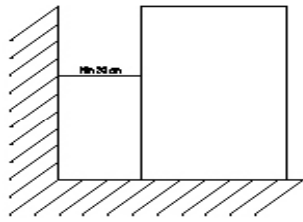
#### **NaOH and ammonia fixative solution addition system**

Composed by properly specified pumps to dispense NaOH directly to sample tube when distillation is running and fixative solution (Boric acid with mix of indicators) directly to Erlenmeyer collector before the distillation.

#### **Emptying systems**

It consists in some pumps and valves to empty the sample tube and the collector once the analysis is finished.





## 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 supplied 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) and "waste" (5) must go to waste.

Do not forget the white 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

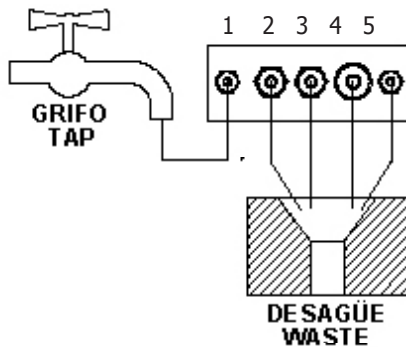
The unit includes a 6 litres water reservoir, at the top, to store the water for the steam generator.

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 the conductivity is lower, add (for 6l of water) near 50mg of salt or sodium carbonate.

### 4.5 Connection to reagents tanks

At the left hand side, there is a door to access reagent tanks, NaOH, fixative solution and HCl. Connect each one to the hose indicated with his name.



Reagents tanks



## 5 Operation

The control panel allows function selection and shows the distiller alarm 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 press consecutively with an interval of less than 3 seconds, the unit could start in abnormal mode. So wait few seconds to restart the unit.

On starting the unit for the first time, the water pump starts to work, automatically, to fill the steam generator.

This operation, usually, takes near 40 seconds and it will stops, also automatically when the steam generator is filled. At 15s an alarm sounds and the unit becomes blocked. Stop the unit by Main switch, wait 4s and restart. Repeat this operation 3 or 4 times. until the steam generator is filled.



If, after this 1 minute approx., this operation is not finished, please check that the water tank has water (Visual check on the right hand side level), also be sure that the water has the suitable conductivity. (See 4.4)

### 5.1 Insert/ Remove the sample tube

- Open the safety door
- 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 hidroxide or Acid.

The sample tube's temperature is  
above 60°C after the distillation.

### 5.2 Operation modes

A Kjeldahl distillation includes the following operations sequence:




- Boric adding,
- NaOH adding,
- Timed steam distillation
- Sample empty to waste

The PRO-NITRO «S» can do this as an automatic sequence («AUTOMATIC» mode) or run, separately, each operation (mode «MANUAL»).










### 5.3 Parameters settings

These settings must be done in both modes: «MANUAL» and «AUTOMATIC»

- **Setting the distilling time:**

- Press .
- Use keys   to set the distilling time (minutes).

- **Setting the "Low water level alarm" time (low level of water into steam generator)**

- Press .
- Keep pressed keys   for a 10s until display shows dashes.
- Press  to select steam.
- Use   to set the alarm steam time (factory setting 36).
- Use  to validate the setting.
- Press   to save the setting and exit from the settings mode.

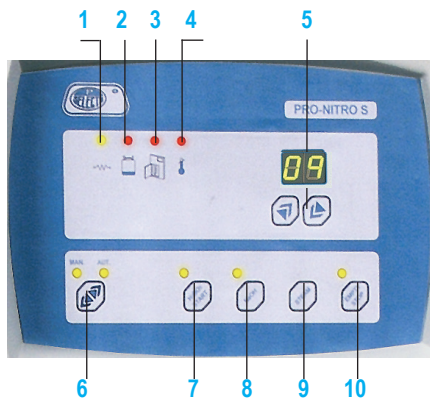





















Fig. 5.1 Control panel

- **Setting the heating power on stand-by status:**

- Press .
- Keep pressed keys   for a 10s until display shows dashes.
- Press  to select % stand-by heating.
- Use   to set to set the % heating (factory setting 5).
- Use  to validate the setting.
- Press   to save the setting and exit from the settings mode.

- **Setting distillation power:**

- Press the keys   for 5 seconds until the display shows dashes.
- Press  and  until the display shows the current value.
- Modify the value by means of keys  .
- Press  and  to validate the setting.
- Press   to save and exit from the settings mode.

## PARAMETERS PROGRAMMING

### Factory settings:

Low level water alarm:	36
% heating:	5
Distillation power:	80%
Volume of Boric acid:	4
Volume of HaOH:	12

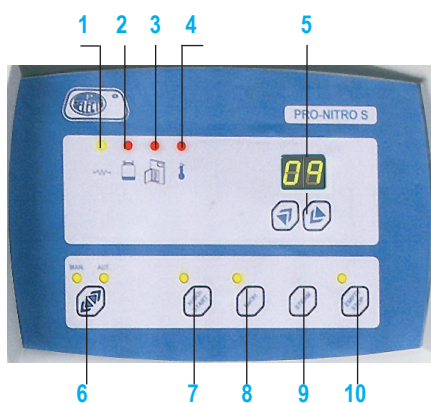


Fig. 5.1 Control panel

**Status indication**

1. Heater ON
2. Water feed fail.
3. Safety door open or sample tube not present.
4. Overtemp on steam generator.









**Display and selection keys.**

5. Display.
5. Up/down keys.









**Function keys.**

6. Operation function mode selection between «Manual» and «Automatic».
7. **H3BO3 / START**  
«MANUAL» mode: Boric dose.  
«AUTO» mode: cycle start.
8. **NaOH**  
Modo «MANUAL»: NaOH dose.  
Modo «AUTO»: No function.
9. **STEAM**  
«MANUAL» mode: Distillation.  
«AUTO» mode: No function.
10. **EMPTY/STOP**  
«MANUAL» mode: Empty tube.  
«AUTO» mode: STOP




**Setting the dosing volume of NaOH:**

- Press .
- Keep pressed keys   for a 10s until display shows dashes.
- Press  to select NaOH.
- Use   to set the NaOH pump working time (factory setting 12).
- Use  to validate the setting.
- Press  to save the setting and exit from settings mode.
- Approximately each second means 5ml.

**Setting the dosing volume of Boric acid:**

- Press .
- Keep pressed keys   for a 10s until display shows dashes.
- Press  to select H3BO3.
- Use   to set to set the Boric pump working time (factory setting 4).
- Use  to validate the setting.
- Press  to save the setting and exit from the settings mode.
- Approximately each second means 10ml.

**5.4 MANUAL operation**

- Select MANUAL mode. Key  toggles working mode. See Fig 5.1
- Set parameters according 5.3.
- Insert a sample tube (See 5.1) and an Erlenmeyer flask.
- **Adding Boric:** Press  Boric acid will be added on the Erlenmeyer flask.
- **Adding NaOH:** Press  NaOH will be added on the sample tube.






- **Distilling start:** Press . See Fig. 5.1 key «9»  
Distillation starts and stops after the distilling time.
- Distillation can be stopped, on any time, by pressing  key.
- **Emptying sample tube:** Keep press  » for a few seconds.



Fig 5.2 Toggle key and indicator for mode set.

### 5.5 AUTOMATIC operation

- Select AUTOMATIC mode. Key «6» toggles working mode. See Fig 5.2
- Set parameters according 5.3.
- Insert a sample tube (See 5.1) and an Erlenmeyer flask.
- **Starting the sequence:** Press .  
The following sequence will start:
  - **Adding H3BO3** on the Erlenmeyer.
  - **Adding NaOH** on the sample tube.
  - **Distilling until** the distilling time.

Distillation can be stopped, on any time, by pressing .

- **Emptying sample tube:** Keep press  for a few seconds. The sample tube will be emptied to the waste output.

**Note:** the parameters keep stored on the unit.

### 5.6 Alarms

In order to avoid dangerous situations or to protect the analyser life, some alarm systems are provided on the unit:

#### (2) Low level of water on the steam generator alarm

Indicates that a low level of water was detected on the steam generator for a long time. The microprocessor stops the distillation.

Probably the water reservoir is empty or the water does not have the suitable conductivity.

#### (3) «Tube/Door» alarm

Safety door not closed or sample tube not inserted.

This alarm blocks the distillation and the NaOH adding.

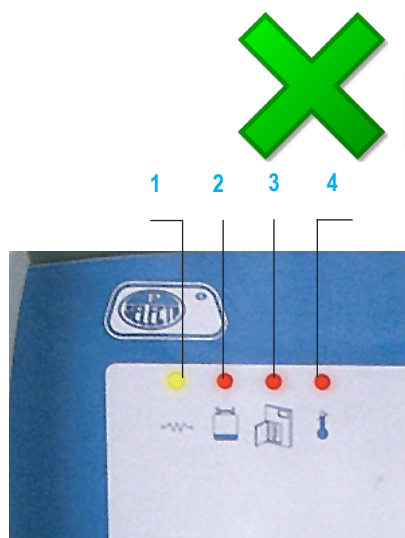
#### (4) «Overtemp» alarm

An excess temperature on the steam generator has switched the safety thermostat.

Block the distillation function.

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

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



#### Status indicator & alarms.

1. Heater ON
2. Water tank empty
3. Safety door open
4. Overtemperature on Steam generator.



## 6 Sample analyses

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



Checking water level

Before starting to analyse valuable samples do some training sessions running the operations related on the chapter 8, until the operator be familiar with the unit.

### 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.

Assure its conductivity adding around 0.1g per litre of sodium carbonate or NaCl.

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

#### Level of NaOH tank

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. In order to avoid NaOH pump obstruction, take care that NaOH becomes completely solved on water, no particles must be on the solution.



#### Level of Ammonia fixative solution tank

Refill with Fixative solution (Boric acid 1% + indicator mixed 5) 2 litres flask. It is placed inside the unit.

Remember that a volume of 60 ml will be used on each distillation.

**Note:** See chapter 7 for fixative solution preparation.

#### Priming the dispensers

The tubing for NaOH and fixative solution reagent must be properly primed, air free, to provide a good dispensing.



Carry on the refill operations to avoid air entry on the tubing. See 5.1.2 and 8.1 to know how to carry on the prime operations.

### 6.2 Unit warm-up and cleaning.

In order to get the best results with your Kjeldahl distiller, you have to run a warm-up step before starting samples analysis. This procedure is also used for cleaning the distillation circuit after analysis batch.

For it just insert a sample tube with 25ml of clean water. Use MANUAL mode to distillate for 5 minutes.



Check the reagents tanks levels before starting a batch analysis.

### 6.3 Distillation. (Sample analysis)

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

- Open the safety door.
- Place an Erlenmeyer flask on the cooler output to collect the distilled.



**Check, visually that the distilled output tube remains immersed under the level of Boric acid.**

- Insert the sample tube. See 5.1
- Select mode «MANUAL» or «AUTOMATIC» and initiate the sequence.
- Wait for the end of distillation. Buzzer sound.
- Empty the sample tube.
- Open the safety door.
- Remove the sample tube. See 5.2
- The unit is completely prepared to analyse the following sample. Any operation of cleaning is needed, unless any malfunction has occurred during the analysis.

#### Visual Checking during the analysis:

Some visual checking can be applied from the colour that takes the solution on the collector or in the sample tube.

This checking is useful at the beginning to set the optimal parameters or to solve unit malfunctions.



#### Visual Checking on the sample tube: (Using CuSO<sub>4</sub> Catalyst)

When the NaOH volume is sufficient, the sample becomes blue. (If not, program more NaOH on the following a analysis)

#### Visual Checking on the collector:

The initial colour must be the fixative solution colour (Violet with mixed indicator or Red with mixed indicator 5). If it is grey or green, it is because of not neutralized rests of the previous sample remains on the collector. On this case stop the analysis and run a cleaning operation. See 6.2

### 6.4 Analysis interruption

Press «STOP» to abort the analysis.

**Note:** The analysis interruption, left on the unit rests not neutralized that will corrupts the following analysis. Run a cleaning operation (See 6.2) before to run new analysis.

### 6.5 Titration and Protein contents (%) calculation

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).

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:

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

P2: Nitrogen (mg).

P0: Sample weight (mg).

F: Protein factor.

#### Common protein factors

Almonds	5,18
Nuts	5,30
Nut- peanuts	5,41
Jello	5,55
Soya	5,71
Barley, trenches, rye	5,83
wheat, whole flour	5,83
Flours (not whole one)	5,70
Rice	5,95
Corn	6,25
<b>General</b>	<b>6,25</b>
Saved	6,31
Milk and milky products	6,38



## 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 RV (Red of metile + Green Bromocresol)		PANREAC 283303
Mixed indicator RV (Red of metile + Blue of metilene)		PANREAC 282430
HCl 0.1N SV		PANREAC 171023
HCl 0.25N	SV	PANREAC 182318
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.1N	SV	PANREAC 181061
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 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 «S» 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 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) must be high precision and calculation must be accurate. Any error on its preparation has a direct influence on the result.

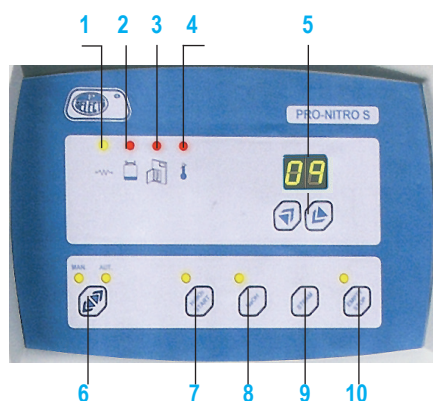


Fig. 5.1 Control Panel

## 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. Use MANUAL mode.

#### 8.1.2 Checking the steam generator filling.

On starting the unit for the first time, the water pump starts to refill, automatically, the steam generator. This operation usually takes around 1 minute and stops automatically. At 15s an alarm sounds and the unit becomes blocked. Stop the unit by main switch, wait 4s and restart. Repeat this operation 3 or 4 times until the steam generator is filled.

If, after this 1 minute approx, the operation is not finished, switch the equipment off. Check that maybe the water tank has no water or that the water has not the suitable conductivity. (See 4.4)

If so happens, check, empty the steam generator by opening the drain and repeat the operation.

#### 8.1.3 Checking the ammonia fixative solution

Insert a MACRO tube and an Erlenmeyer under the coolant glassware. Program a Boric dispense volume. See paragraph 5.



Press «H3BO3», this starts the dispensing pump, it takes liquid from the 2 litres tank to Erlenmeyer flask. Check, visually that the liquid gets the Erlenmeyer flask. And the tube outlet is immersed under the Boric surface.

Run this operation when the dispensing tube must be primed. If tubing is not primed the dispensed volume will be wrong.

#### 8.1.4 Checking the NaOH pump and tubing

Insert a MACRO tube. Program a dispense NaOH volume. See paragraph 5.



Press «NaOH», this starts the NaOH dispensing pump, it takes liquid from the 2 litres tank to sample tube. Check, visually that the liquid gets the sample tube.

Run this operation when the dispensing tube must be primed. If tubing is not primed the dispensed volume will be wrong.

#### 8.1.5 Checking distillation «Cleaning»

This operation is often used when working with the PRO-NITRO «S» because it performs a cleaning of the distillation glassware. It is also used for unit warm-up.

Place a MACRO sample tube, and the Erlenmeyer flask, with near 25ml of distilled water.

Select MANUAL mode. Press «STEAM», this must start the steam production and the coolant water circulation. This is the distillation.

After the warm-up, the distillation rate is between 30 - 40 ml / minute.

Left 5 minutes distilling and then press «STOP» to stop distillation.



### 8.1.6 Checking sample tube empty function

Place a MACRO sample tube with around 100ml distilled water.

Select MANUAL mode. Press «EMPTY/STOP». This starts the pump to empty the sample tube to the waste output.

### 8.2 Checking Nitrogen Recovery

This checking is widely used to certify that the unit works properly.

Run some of these test for training purposes before starting to analyse valuable samples, until the operator will be familiar with the unit.

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 near 100mg (50mg reagent 0.1N) of ammonia sulphate. The exact weight will be  $P_0$
- The exact quantity of Nitrogen is:  $P_1 \text{ (mg)} = P_0 \times 0,212$
- Add around 25ml of  $H_2O$
- Distillate adding 15ml of NaOH
- Use HCl 0.25N (0.1N) as a titration reagent.
- Once distilling and titration (see 6.5) are finished, calculate the detected nitrogen (mg) :  $P_2$
- 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 purity degree.

### 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.



#### How many ammonia sulphate must I put on the test sample?

The HCl volume ( $Vol_{HCl}$ ) for a quick analysis must be between 6 and 12 ml.

From the expression:

$$P_1 \text{ (mg)} = 14 \times Vol_{HCl} \text{ (ml)} \times N_{HCl}$$

We arrange it as:

$$P_0 \text{ (mg)} = \frac{14 \times Vol_{HCl} \text{ (ml)} \times N_{HCl}}{0.212}$$

And yields the table:

Normality	Sample amount Sufate ammon.
0,05	20 ... 40 mg
0,1	40 ... 90 mg
0,25	100 ... 200 mg
0,5	200 ... 400 mg

The volume consumption of HCl ( $Vol_{HCl}$ ) on the titration can be forecasted from the expression:

$$P_1 \text{ (mg)} = 14 \times Vol_{HCl} \text{ (ml)} \times N_{HCl}$$

thus we obtain that HCl must be:

$$Vol_{HCl} \text{ (ml)} = 14 / [P_1 \text{ (mg)} \times N_{HCl}]$$

### 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.



Run this test some times to get familiar with the equipment and the kjeldahl analysis before analysing valuable samples.

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 1g 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:

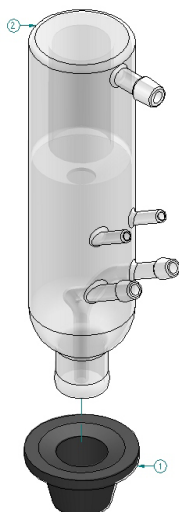
If MICRO size tube is used, weight 0.3g of acetanilide, add 5ml of sulphuric acid, and one tablet of Kjeldahl catalyser. On the dilution add 10ml water.

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 and fixative solution tank hose connector.



## 9 Maintenance

The distiller PRO-NITRO «S» 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. See 6.2

#### 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 and Boric pipping (monthly)

Clean with distilled water rests of NaOH and fixative solution the tank hose connectors

- Cleaning the 2 Litres tank: Clean it with abundant water for a few minutes.
- Cleaning the NaOH: Fill the NaOH tank with water, connect the hose connector, Insert a sample tube, and press the NaOH button until fill the sample tube.

Repeat with Boric pump.

#### 9.1.5 Cleaning the Steam generator

Stop the unit by the main switch. Open the manual valve (Empty steam generator valve) and wait until it becomes empty. Close valve and restart the unit. The steam generator refills automatically as explained on paragraph 4.

### 9.2 Hose inspection (monthly)

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.

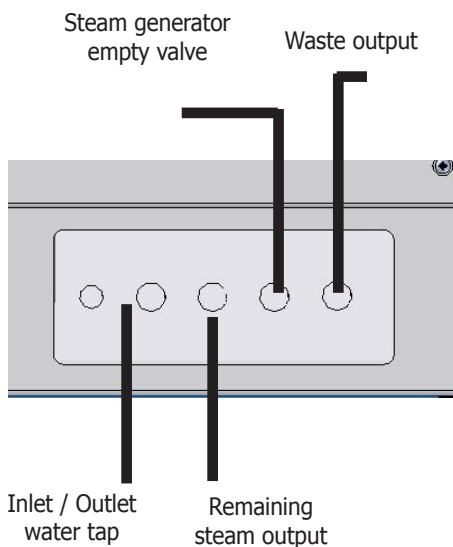
- **Cleaning the NaOH dosing circuit:**

Fill the NaOH 2 litres tank with water.  
Connect to NaOH circuit.  
Insert a MACRO tube on the unit. Press «NaOH» several times. Remove the MACRO tube when filled. Insert an empty one, up the 2 litres of water has circulated across the NaOH dosing circuit.

Repeat the operation with the Fixative solution tank (on the menu press «H3BO3»).



**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 "Steam generator empty valve".
2. Start the unit, and wait that the pump empties all the water from the water reservoir. Alarm «STEAM» will be activated. Stop the unit by main switch, Wait 4s and restart.

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

1. Open the "Coolant glassware valve" See picture.
2. Blow for the end of the **output** coolant water. The water will **come out** from the valve.



Coolant glassware valve



**CAUTION**  
Do not ship of the unit if the chemicals (NaOH, H3BO3) and water have not been completely removed.

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

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



### 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:

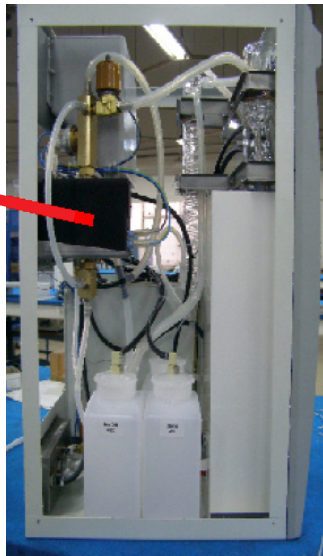
The residues short-circuit the path between the probe and the steam generator walls (connected to earth) and so the sensor shows a LOW resistance to the electronics. It is the same signal as if the steam generator has the correct water level. This makes that the microprocessor does not supply water and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

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

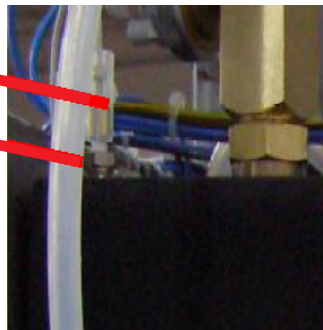
The cleaning frequency depends on two factors:

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

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



Steam Generator

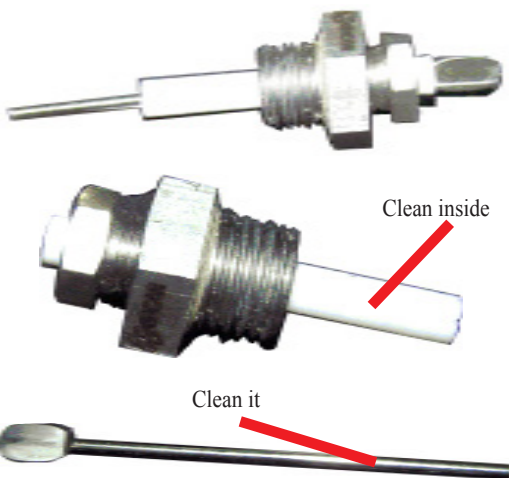


Probe faston connector

Probe nut



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.

## 10 Technical specifications

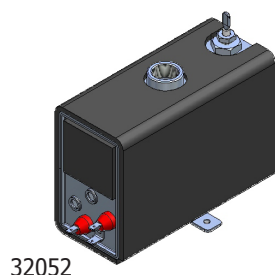
Mains voltage:	230V 50/60Hz (See plate) Other power supply voltages could be available (Ask to your dealer)
Electrical power:	1900W (See plate)
Maximum consumption:	8.5 A
Fuses:	10 A fast. Dimensions: 20x5 mm
Power supply cord:	Phase, Neutral, Earth (section 1mm <sup>2</sup> )
Weight (Net):	35 Kg
Dimensions: W x L x H	500 x 490 x 740 mm
Water reservoir volume:	6 litres
NaOH, H3BO3 tank volume:	2 litres
Nitrogen recovery:	>99.5%
Detection range:	0.1 a 200 mg
Reproducibility:	Relative Standard deviation) < 1%
Distillation rate:	approx. 30 / minute
Analysis time for 50mg of N:	6 minutes. approx
Analysis time for 100mg of N:	9 minutes, approx
Cooling water entry connector:	3/4"
Cooling water output connector:	3/4"
Remaining steam output connector:	3/4"
Dosification for NaOH pump:	0 to 250 ml ±5%
Dosification for H3BO3 pump:	50 to 65 ml ±5%
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 linealy 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.
RS-232 output:	Connector 9 pins male. Pin 1 (Signal) and pin 5 (GND).

## 11 Technical service

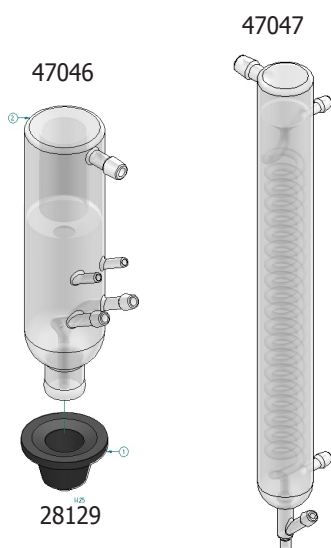
For repairing and substitution of deteriorated parts please contact J.P. SELECTA s.a.u. or its distributor. They will inform you about the technical services authorized in your area.

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.
- 24218** Water pump. sample emptying.
- 24278** KNF pump (NaOH and fixative solution)
- 28129** Lock black rubber.
- 28403** Shelf.
- 32052** Steam generator 1800W.
- 47021** Collector flask.
- 47046** Splash protector.
- 47259** Anti feedback valve.
- 29336** Power plate
- 29337** Control / front plate
- 29530** Level

Hoses:

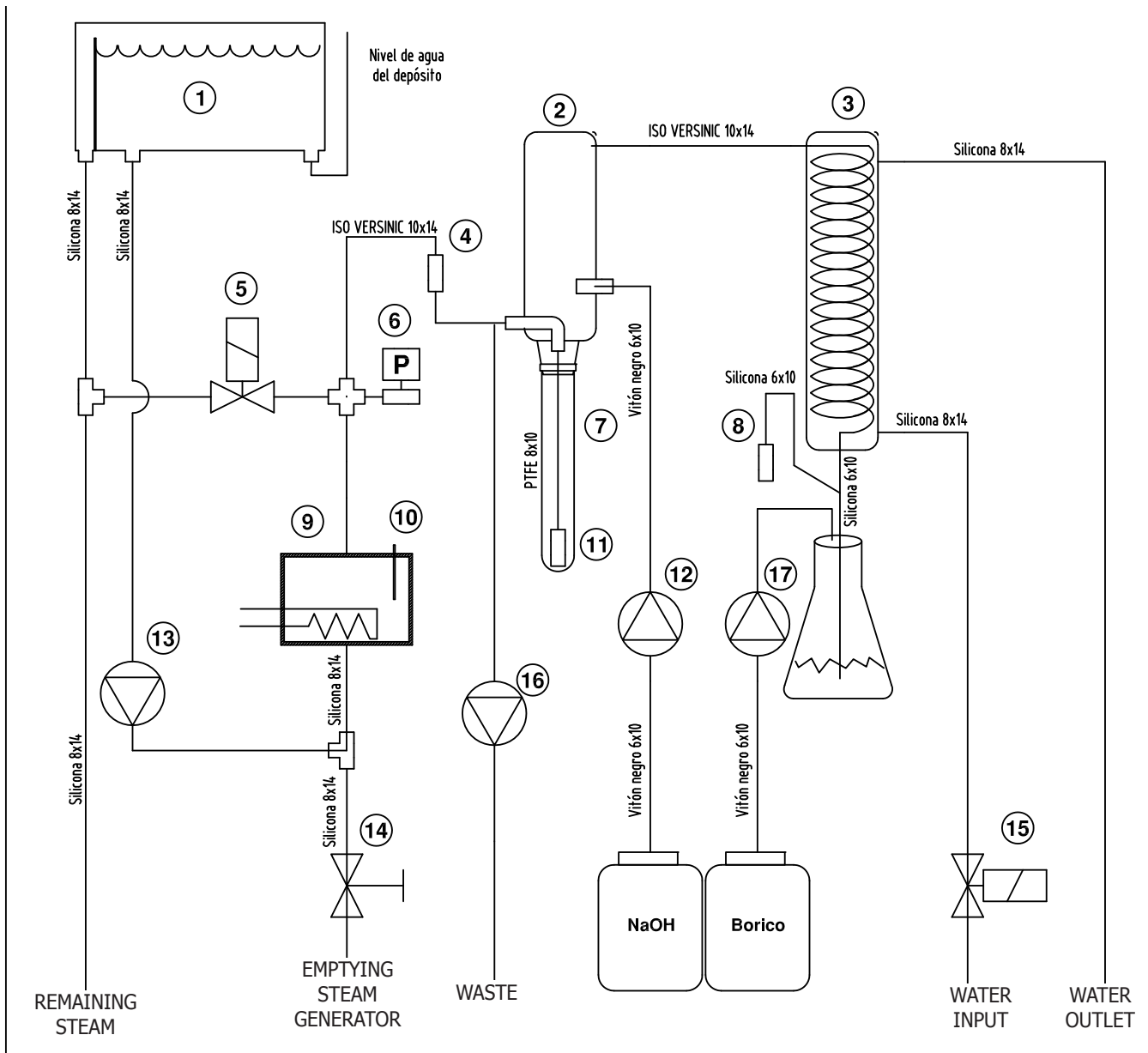
- |  |   |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> <li><b>46030</b> Teflon tube 8x10</li> <li><b>46041</b> Silicone tube 8x14</li> <li><b>46042</b> Silicone tube 6x10</li> <li><b>46143</b> Pressure hose</li> <li><b>46084</b> ISO VERSINIC Black 10x14</li> <li><b>46139</b> ISO VERSINIC Black 6x10</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>Tube immersed on the sample.</li> <li>Water and Steam.</li> <li>Water and Steam.</li> <li>Tap water entry.</li> <li>Distilling Glassware joint.</li> <li>NaOH, Boric.</li> </ul> |
|--|---|



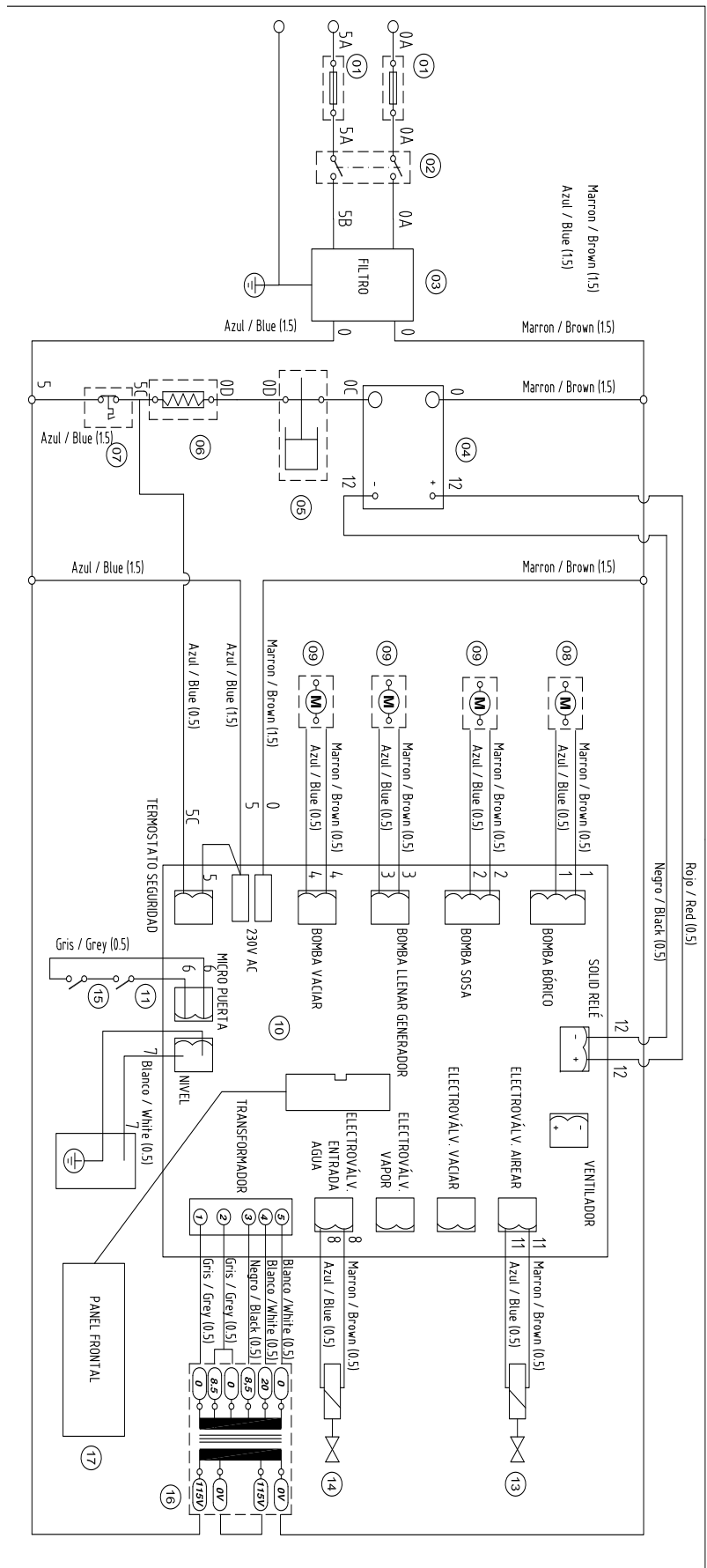
#### WARNING

Before doing any works inside the equipment, please disconnect it from the mains.

### 11.2 Hydraulic tubing diagram



### 11.3 Wiring diagram



## 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 (MACRO tube) of  $H_2SO_4$  (for MICRO tube 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 MICRO tube).
- 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 and add 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 and 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 (Installation 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 Installation (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.u. 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 does 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 AIR 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, level probe.