



EQUIPOS DE DIGESTIÓN

Digestion systems

DQO 6		4000638
DQO 12		4000639
DQO 20		4000640
Bloc-Digest Macro	6	4000629
Bloc-Digest Macro	12	4000630
Bloc-Digest Macro	20	4000631
Bloc-Digest micro	12	4001047
Bloc-Digest micro	24	4001048
Bloc-Digest micro	40	4001049
RAT-2		4001538

Indice

1.	Información general y garantía	3
1.1.	Garantía.....	3
2.	Lista de embalaje	3
3.	Descripción del equipo	5
3.1.	Montaje del equipo	6
3.2.	Especificaciones técnicas (Bloques digestor)	7
4.	Instalación y funcionamiento	7
4.1.	Secuencia de puesta en marcha del sistema completo de digestión	9
5.	Programación del controlador RAT	10
5.1.	Información en el display	10
5.2.	Estados	10
5.3.	Menú Principal.....	10
5.4.	Menú Programación	11
5.5.	Consultar un perfil de temperatura.....	11
6.	Perfil de temperatura para diferentes procesos de digestión.....	12
7.	Recambios.....	13
8.	Esquema eléctrico	14
9.	Análisis de Kjeldahl paso a paso	15
10.	Hidrólisis previa en la determinación de grasas (Soxhlet)	16
11.	Digestión en la determinación de la D.Q.O.	17
	Aviso a los clientes	17

Contents

1.	Information and guarantee.....	18
1.1.	Guarantee.....	18
2.	Packing List	18
3.	Equipment description	20
3.1.	Main parts and assembly.....	21
3.2.	Technical specification (digestor block).....	22
4.	Installation	22
4.1.	Digestion process operation	24
5.	Programming RAT controller.....	25
5.1.	Information shown on display.....	25
5.2.	Profiler states.....	25
5.3.	Main menu.....	25
5.4.	Programming menu	26
5.5.	Review a temperature profile.....	26
6.	Profiles for different digestion processes	27
7.	Spare parts	28
8.	Wiring diagram.....	29
9.	Kjeldahl analysis step by step	30
10.	Hydrolysis for fat determination.	31
11.	Digestion on C.O.D. determination.	32
	Notice to customers	32

1. Información general y garantía

Manipular cuidadosamente. Desembalar y comprobar que el contenido coincide con la "Lista de embalaje". Si se observa algún componente dañado o la ausencia de alguno, avisar rápidamente al distribuidor.

No instalar ni utilizar el equipo sin leer previamente este manual.

Estas instrucciones forman parte inseparable del equipo y deben estar disponibles a todos los usuarios del equipo.

Cualquier duda contacte con su distribuidor o el servicio técnico de J.P. SELECTA, s.a.u

Toda modificación, eliminación o falta de mantenimiento de cualquier dispositivo del equipo, invalida la garantía y la responsabilidad del fabricante de los daños que pudieran derivarse.

No utilizar el equipo con fluidos que puedan desprender vapores o formar mezclas explosivas o inflamables.

1.1 Garantía

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

La factura de compra y su fecha es el único documento válido para la ejecución de la garantía.

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

2. Lista de embalaje

El equipo estándar consta de los siguientes componentes:

4000629 BLOC DIGEST 6x tubos Ø42

Bloque calefactor 6p	4000507
Controlador del proceso	4001538
Gradilla	4005071
Tubos digestión macro	4042300 6x
Colector de humos	4005072
Cable de conexión	0403507
Cable de alimentación	0007001

4000630 BLOC DIGEST 12x tubos Ø42

Bloque calefactor 12p	4000508
Controlador del proceso	4001538
Gradilla	4005081
Tubos digestión macro	4042300 12x
Colector de humos	4005082
Cable de conexión	0403507
Cable de alimentación	0007001

4000631 BLOC DIGEST 20x tubos Ø42

Bloque calefactor 20p	4000509
Controlador del proceso	4001538
Gradilla	4005091
Tubos digestión macro	4042300 20x
Colector de humos	4005092
Cable de conexión	0403507
Cable de alimentación	0007001

4001047 BLOC DIGEST 12x tubo micro Ø26.

Bloque calefactor 12p	4001050
Controlador del proceso:	4001538
Gradilla:	4001045
Tubos digestion macro	4042300 6x
Colector de humos	4001056
Cable de conexión	0403507
Cable de alimentación.	0007001

4001048 BLOC DIGEST 24x tubo micro Ø26.

Bloque calefactor 20p	4001051
Controlador del proceso:	4001538
Gradilla:	4001045
Tubos digestion macro	4042300 6x
Colector de humos	4001057
Cable de conexión	0403507
Cable de alimentación.	0007001

4001049 BLOC DIGEST 40x tubo micro Ø26.

Bloque calefactor 6p	4001052
Controlador del proceso:	4001538
Gradilla:	4001045
Tubos digestion macro	4042300 6x
Colector de humos	4001058
Cable de conexión	0403507
Cable de alimentación.	0007001

4000638 Termoreactor DQO 6x tubo Ø42.

Bloque calefactor 6p	4000507
Controlador del proceso:	4001538
Gradilla:	4005071
Tubos D.Q.O.	1000641 6x
Refrigerante a reflujo	1000642 6x
Soporte refrigerante 6p	4000643
Cable de conexión	0403507
Cable de alimentación.	0007001

4000639 Termoreactor DQO 12x tubo Ø42.

Bloque calefactor 12p	4000508
Controlador del proceso:	4001538
Gradilla:	4005081
Tubos D.Q.O.	1000641 12x
Refrigerante a reflujo	1000642 12x
Soporte refrigerante 12p	4000644
Cable de conexión	0403507
Cable de alimentación.	0007001

4000640 Termoreactor DQO 20x tubo Ø42.

Bloque calefactor 20p	4000509
Controlador del proceso:	4001538
Gradilla:	4005091
Tubos D.Q.O.	1000641 20x
Refrigerante a reflujo	1000642 20x
Soporte refrigerante 20p	4000645
Cable de conexión	0403507
Cable de alimentación.	0007001

3. Descripción del equipo

La unidad de digestión BLOC-DIGEST se utiliza para la digestión en la determinación del nitrógeno de Kjeldahl y en medida de la D.Q.O. Otra aplicación posible es la hidrólisis de muestras en la determinación de grasa.

Las unidades de digestión están constituidas por un bloque calefactor, una unidad de control y un sistema de eliminación de humos.

Para la eliminación y neutralización de humos, se necesitan equipos auxiliares como:

4001611 Unidad Scrubber.

4001610 Bomba de recirculación de agua.

El bloque calefactor aloja los tubos de digestión, para una óptima transmisión del calor y conseguir una buena homogeneidad de temperatura entre los tubos, es indispensable que el diámetro de los tubos sea el adecuado para el bloque utilizado.

El bloque calefactor lleva incorporada una sonda de seguridad que impide que la temperatura del bloque pueda sobrepasar los 550°C.



Los sistemas de digestión Kjeldahl desprenden humos ácidos irritantes.

Necesitan una instalación adecuada para el tratamiento de los humos desprendidos.

La temperatura del bloque calefactor la regula la unidad de control que está separada del bloque calefactor para evitar su deterioro por salpicaduras, derrames, vapores, etc. Esta unidad (RAT 2) permite disponer de hasta 20 programas de 4 pasos de temperatura y tiempo.

En la digestión de muestras para Kjeldahl o hidrólisis el calentamiento en varios pasos permite un óptimo control de las espumas producidas, al tener la posibilidad de evaporar el agua de la muestra antes de la digestión a 400°C.

Para la extracción de los humos producidos por la digestión puede utilizarse un colector de humos junto con una trompa de vacío, una campana extractora o un scrubber.

La unión del colector de humos con el tubo de muestra no es hermética. Esto permite absorber pequeñas explosiones sin dañar el material de vidrio. El extractor de humos los conduce hasta el desagüe debido al vacío o aspiración producidos al final del tubo de salida del colector. Por ello es indispensable el buen funcionamiento de la trompa de vacío que debe producir una presión negativa de -0,6 bar.

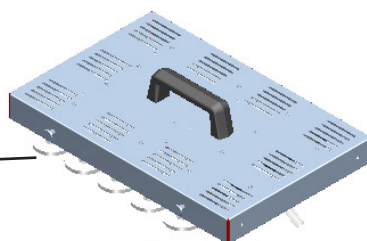
Para la determinación de la D.Q.O no se extraen los humos sino que se utilizan unos vidrios que condensan el vapor producido y retornan el líquido al tubo muestra. (Refrigerante a reflujo).

3.1. Montaje del equipo

Ensamblar los componentes del digestor de acuerdo a este esquema:

Nota: el colector de humos, lleva para su transporte, unas planchas pequeñas de acero en la junta del colector de humos.

Estas planchas deben retirarse antes de su utilización.

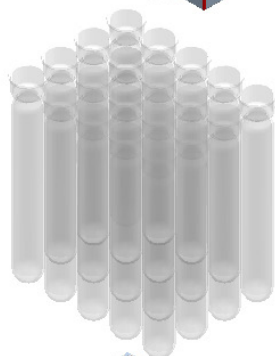


Colector de humos

Encaja en los tubos para conducir los humos ácidos hacia el scrubber neutralizador.

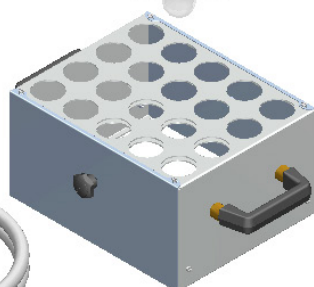
Tubos de digestión

Contienen las muestras.



Controlador RAT

Controla el perfil de temperatura aplicado a las muestras.

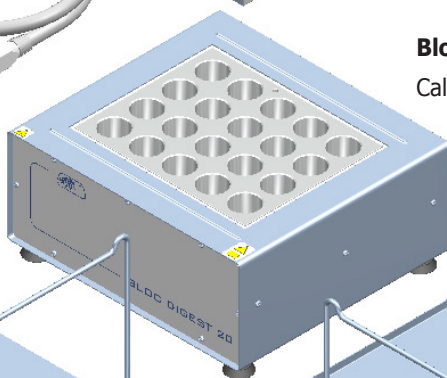


Gradilla portatubos

Aloja los tubos de digestión, permite su transporte y aísla térmicamente a los tubos con las tapas laterales.

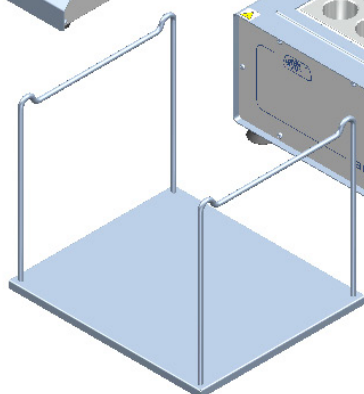
Bloque digestor

Calienta las muestras



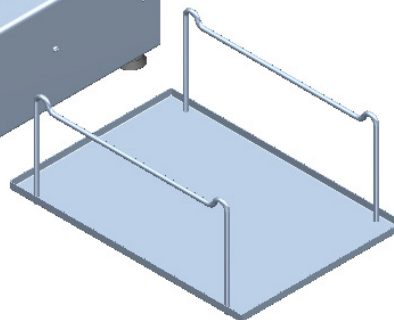
Soporte de la gradilla

Aloja la gradilla portatubos y a los tubos de muestra cuando no están en el bloque digestor.



Soporte del colector de humos

Aloja el colector de humos cuando no se utiliza en la digestión.



3.2 Especificaciones técnicas (Bloques digestor)

Bloque:	6x MACRO	12x MACRO	20x MACRO	12x Micro	24x Micro	40x Micro
Tubos:	6x Ø42	12x Ø42	20x Ø42	12x Ø42	24x Ø42	40x Ø42
Potencia eléctrica: (W)	1600	2100	2500	1600	2350	2500
Peso (kg)	18	25	31	16	22	27

Controlador de proceso:

Rango de temperatura: 45..450°C

Potencia máxima de carga: 10A

Estabilidad de temperatura: ±1°C

Memoria: 20 programas de 4 pasos

Tiempo máximo por paso: 600 minutos

Comunicación Serie RS-232: Opcional

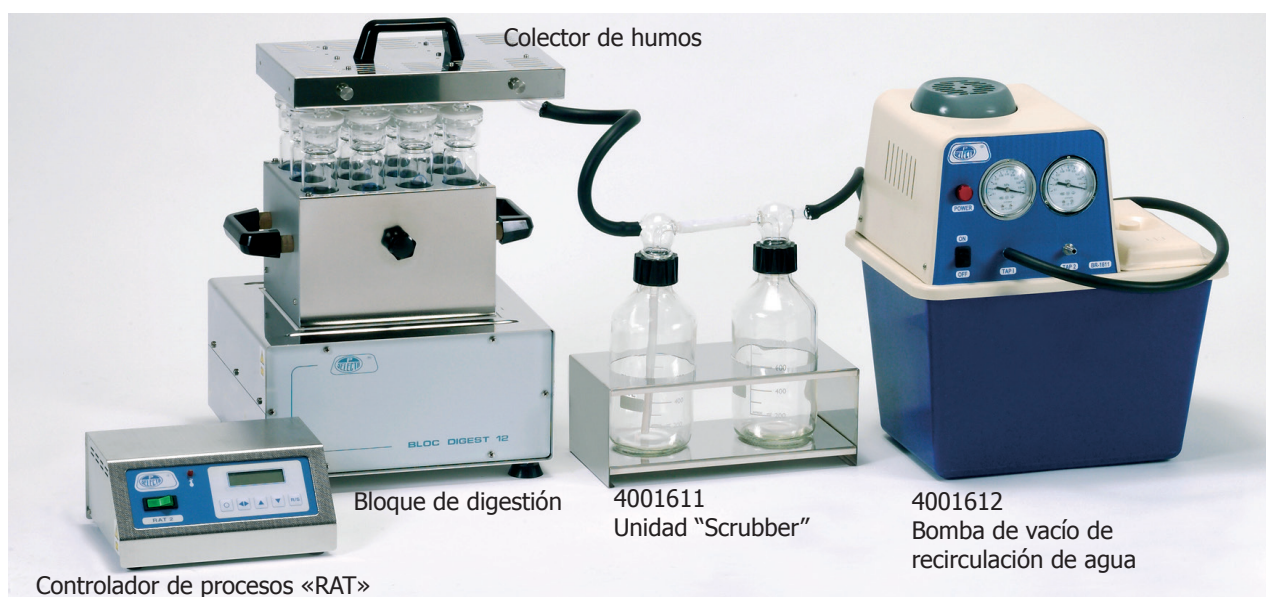
4. Instalación y funcionamiento

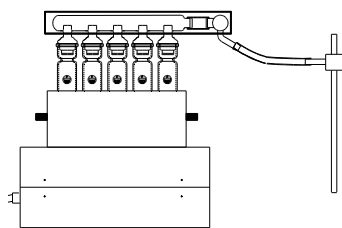
La instalación de un sistema de digestión de Kjeldahl necesita un lugar adecuado expresamente para ello, debido a los humos ácidos que se generan durante la digestión.

La instalación dentro de cabinas, campanas extractoras, ... debe considerar la compatibilidad de los materiales empleados con los humos ácidos.

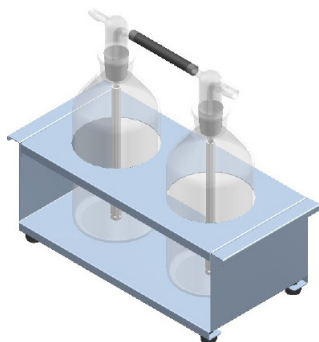
Lo más adecuado es la **neutralización** de los humos ácidos mediante un «scrubber» y una bomba de succión.

La unidad Scrubber es un «lavador de gases» que contiene una solución concentrada de carbonato cálcico, por efecto del vacío producido por la «Bomba». Los gases de la digestión pasan por la solución de carbonato cálcico que neutraliza los gases desprendidos por la evaporación del ácido sulfúrico de la digestión.





Montaje con extracción de humos mediante trompa de vacío (su eficacia depende de la trompa de vacío)

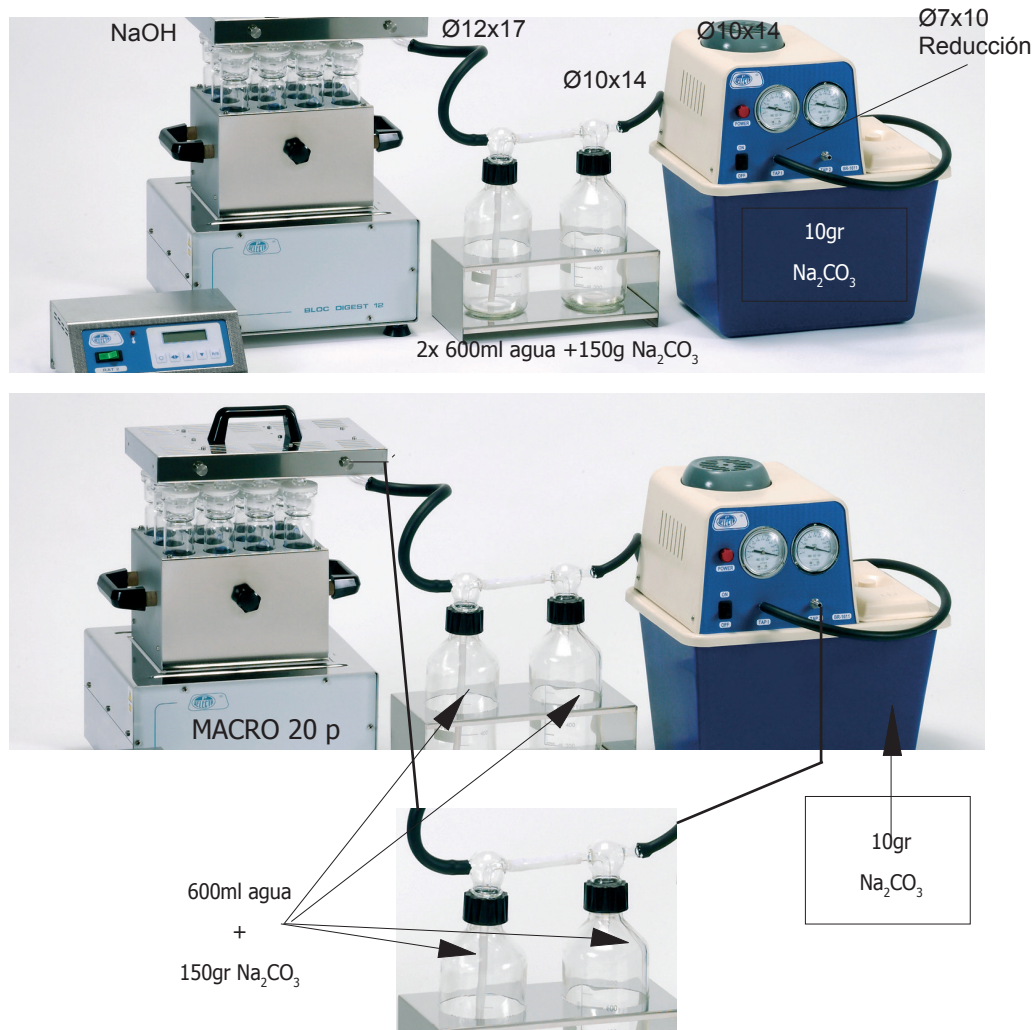


Unidad "Scrubber" 4001611

- Situar todos los equipos en un emplazamiento (mesa, banco ...) adecuado al peso del equipo.
- Alejado o aislado de la presencia de personal.
- Necesitará varias tomas de corriente.

Detalles para la extracción de humos:

1. La digestión de Kjeldhal genera humos ácidos muy corrosivos e irritantes para personas y animales. No son tóxicos.
2. Aunque se instalen medios para la extracción de humos, conviene situarlo en una zona aislada del laboratorio.
3. Evitar la exposición innecesaria a los humos.
4. Si se instala dentro de una campana extractora, esta debe estar construida con materiales adecuados, plásticos, vidrio, ...
5. La extracción de los humos con una trompa de vacío es la más común, pero dentro de un recinto cerrado y con ventilación exterior. Su eficacia depende mucho de las medidas de la trompa de vacío. Se necesita un grifo de agua (con presión mínima de unos 2.5bar) y un desagüe.
6. La extracción de los humos con una unidad o dos unidades Scrubber y una bomba de vacío de circulación de agua. Puede realizarse sin necesidad de campanas extractoras ni cabinas.
7. Para los sistemas MACRO de 20 plazas se recomienda la instalación de dos unidades Scrubber conectadas a las dos entradas de vacío.



ATENCIÓN

Posibles salpicaduras de

ácido sulfúrico.

Utilizar

guantes y

gafas protectoras

en la manipulación del rack con
muestras

o para acercarse al digestor para
inspección visual

**ATENCIÓN**

Utilizar guantes.

Las gotas que pueden caer
del colector

o de la manguera son de

ácido sulfúrico.

Para evitar

quemaduras químicas, manipular con
precaución para evitar

el contacto de la piel
con las gotas.

4.1 Secuencia de puesta en marcha del sistema completo de digestión

La secuencia sugerida para la preparación y puesta en marcha del sistema completo es:

- Preparar los reactivos y las muestras en los tubos de digestión. Ver "Instrucciones del digestor".
- Programar el regulador de temperatura para realizar la digestión en tres pasos. Según las recomendaciones del manual de "Instrucciones del digestor".
- Insertar los tubos de muestras en el bloque digestor y taparlos con el colector de humos.
- Comprobar que la bomba de vacío está preparada. Es decir, cubeta con agua y conmutador de recirculación externa en OFF.
- Comprobar que las botellas del Scrubber tienen la solución de carbonato sódico anhídrico. (Ver Figuras)
- Montar las mangueras:

Manguera Ø 10 Scrubber-Bomba vacío.

Manguera Ø 12 Colector-Scrubber.

- Desde el controlador de temperatura, iniciar la digestión.
- Poner en marcha la bomba de vacío.
- **Vigilar, visualmente, el progreso de la digestión, cada 30 o 40 minutos.**
- Al finalizar el proceso de digestión, el controlador de temperatura emite una alarma acústica. Sin desconectar ninguna manguera, extraer el rack de tubos del digestor y dejarlo en el soporte. Mantener la bomba de vacío en marcha.

Realizar esta operación con precaución.

- Dejar enfriar 15-30 minutos con la extracción de humos conectado.
- Parar la bomba de vacío.
- Puede desconectar la manguera, con precaución, del colector de humos.

- Extraer el colector de humos del rack de tubos y dejarlo en su soporte.

• Limpieza del colector de humos:

El colector de humos se limpia, simplemente, con abundante agua.

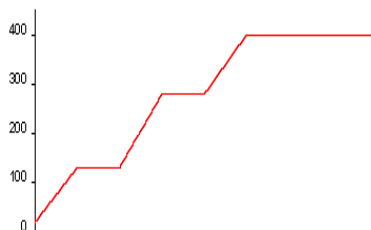
• Vaciado de la cubeta de agua:

Para vaciar la cubeta, sencillamente extraer el «tubo de vaciado» de su conector superior.

• Función de circulación agua:

La bomba de vacío puede realizar también un circuito cerrado de agua. Para ello:

- Conectar una manguera en la «salida de circulación de agua».
- Situar el «conmutador de circulación de agua» en la posición ON.
- Al poner en marcha la bomba, esta impulsa agua de la cubeta por la «salida de circulación de agua».



El controlador RAT ejecuta "perfiles" de temperatura, como una secuencia de "pasos" definidos con un tiempo y una temperatura.

5. Programación del controlador RAT

5.1 Información en el display



Nota: Prestar atención donde está situado el cursor.

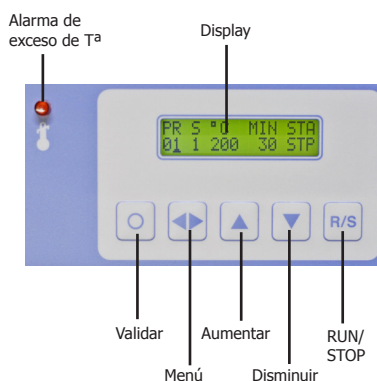
5.2 Estados

Hay cuatro estados posibles del controlador RAT.

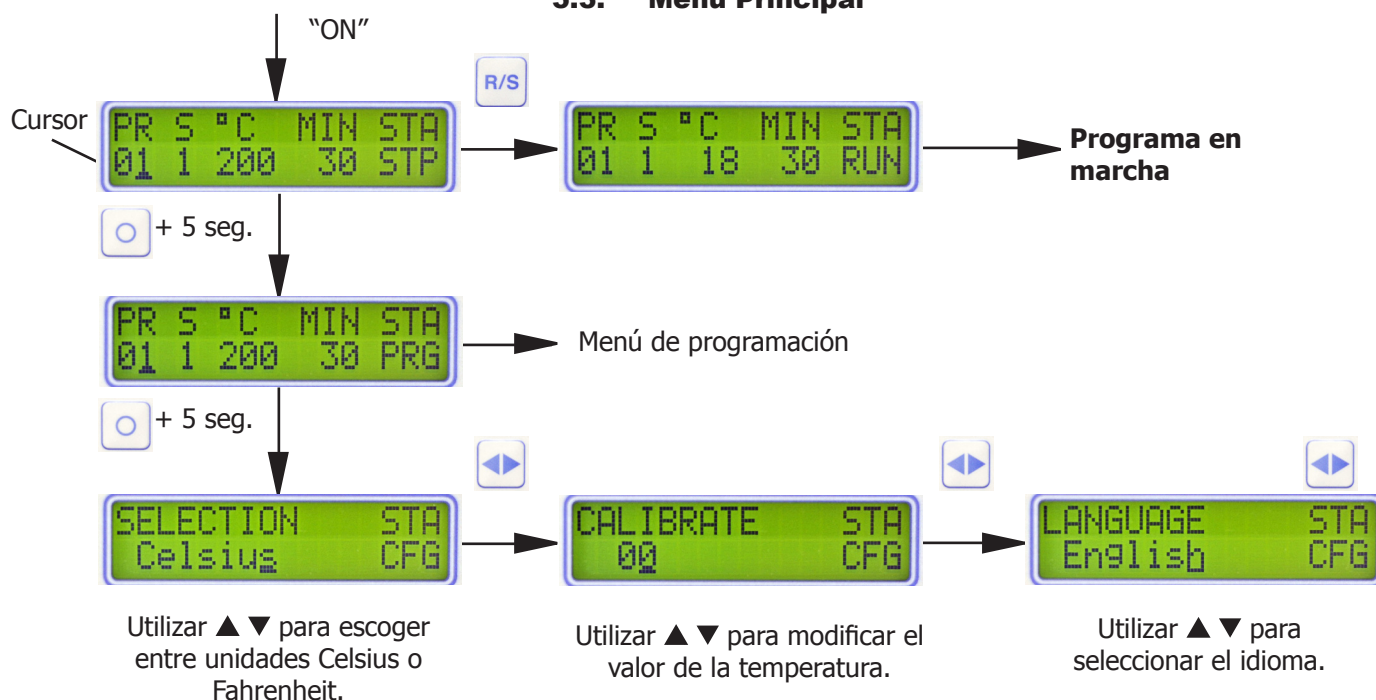
- STP: "Stop" es el estado por defecto, a la espera de que el usuario seleccione un perfil de temperatura para ejecutarlo o modificarlo.
- RUN: El controlador ejecuta un perfil de temperatura.
- PRG: Menú para la programación de un perfil de temperatura.
- CFG: Opciones de configuración, unidades y calibración.

Nota: En estado: PRG y CFG, el controlador retorna al estado STP si no se pulsa ninguna tecla durante más de 10s.

Nota: Una vez el programa está en marcha, se detiene pulsando la tecla R/S.



5.3. Menú Principal



5.4 Menú Programación

Seleccionar un perfil para configurarlo (por defecto PR 1), utilizando la teclas ▲ ▼.

```
PR 5 °C MIN STA
01 1 200 30 STP
```

+ 5
segundos

```
PR 5 °C MIN STA
01 1 200 30 PRG
```

Seleccionar un paso (step) para configurarlo (por defecto paso 1), utilizando la teclas ▲ ▼.



```
PR 5 °C MIN STA
01 1 200 30 PRG
```

Seleccionar la temperatura utilizando la teclas ▲ ▼. La temperatura siempre debe ser superior a la del paso anterior. Por defecto, el equipo muestra la temperatura del paso anterior.



```
PR 5 °C MIN STA
01 1 200 30 PRG
```

Seleccionar la duración (en minutos) del paso utilizando la teclas ▲ ▼.



```
PR 5 °C MIN STA
01 2 200 OFF PRG
```

...

```
PR 5 °C MIN STA
01 3 200 OFF PRG
```

Continuar con el paso siguiente.

...



```
PR 5 °C MIN STA
01 1 200 30 STP
```

El perfil de temperatura termina en el paso que tiene una duración de «OFF».

```
PR 5 °C MIN STA
01 1 200 30 STP
```

5.5. Consultar un perfil de temperatura

En estado stop (STP) y utilizando las flechas ▲ ▼, se muestran sucesivamente los pasos del programa para consultar los parámetros.

```
PR 5 °C MIN STA
02 1 250 30 STP
```

6. Perfil de temperatura para diferentes procesos de digestión

La posibilidad de realizar un proceso de digestión con un perfil de temperatura tiene varias ventajas, especialmente en el control de la espuma producido por las muestras y en el control de generación de humos.

Control de la producción de espuma

La producción de espuma durante la digestión tiene que controlarse, de lo contrario la espuma puede desbordar la altura del tubo de digestión y salir fuera, con dos consecuencias:

- Dañar el bloque calefactor (la espuma contiene ácido sulfúrico)
- Provocar la pérdida de la muestra.

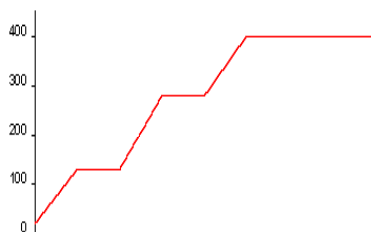
La espuma es provocada por el contenido de humedad (agua) de la muestra. Por lo que el primer paso del perfil de temperatura está dedicado a la eliminación de la humedad (agua) de la muestra.

Control de la producción de humos

La producción de humos durante la digestión tiene que controlarse, de lo contrario estos humos, muy ácidos, son enviados al ambiente.

El segundo paso del perfil de temperatura está dedicado al control de humos.

La digestión de Kjeldahl tiene una zona de "humos blancos" a los 300°C.



El controlador RAT ejecuta "perfiles" de temperatura, como una secuencia de "pasos" definidos con un tiempo y una temperatura.

Perfil típico de digestión de Kjeldahl

Paso 1:	125°C 30'	Extraer humedad.
Paso 2:	300°C 30'	Controlar humos blancos.
Paso 3:	400°C 60'	Mineralización del amonio.

- Muestras secas: Ejemplo, cereales: Paso 1 puede ser 15'
- Muestras normales: Ejemplo, carne : Paso 1 puede ser 30'
- Muestras "agua": Ejemplo, aguas residuales: Paso 1 puede ser 90'

Ejemplos de otros "pasos" que pueden ser necesarios según la muestra:

- Baja recuperación de amonio: Aumentar el paso 3.
- Espuma: Añadir un paso a 150°C.
- Exceso de humo: añadir un paso a 280°C.

En general, para un mejor control, utilizar más pasos en el perfil.

Perfil para digestión de DQO

Paso 1:	150°C 15'	
Paso 2:	170°C 60'	Digestión.

Objetivo del perfil: proporcionar una subida suave de la temperatura.

Perfil para hidrólisis (en determinación de grasas SOXHLET).

Paso 1:	150°C 15'	
Paso 2:	170°C 60'	Digestión.

Objetivo del perfil: proporcionar una subida suave de la temperatura.

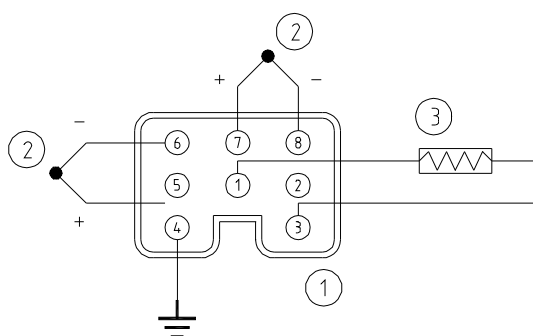
7. Recambios

Para garantizar la seguridad del equipo, los recambios deben adquirirse a J.P.SELECTA, S.a.u.

Descripción / Description	Código/Code
Resistencia/Heater element 1600W (Macro 6)	39070
Resistencia/Heater element 1600W (Micro 12)	
Resistencia/Heater element 2100W (Macro 12)	39069
Resistencia/Heater element 2100W (Micro 24)	
Resistencia/Heater element 2500 W (Macro 20)	39068
Resistencia/Heater element 2500 W (Micro 40)	
Sonda tipo K / K termocuple probe	43026
Junta vitón blanco(Macro) /White viton gasket (Macro)	21157
Junta tórica vitón verde (Macro)/Green viton o-ring gasket (Macro)	21158
Junta vitón negro (Micro)/Black viton gasket	21167
Tubo viton / Viton tube	46084
Rampa vidrio (Macro 6)/Ramp glassware (Macro 6)	47003
Colector vidrio (Macro 6)/Colector glassware (Macro 6)	47007
Rampa vidrio (Macro 12)/Ramp glassware (Macro 12)	47002
Colector vidrio (Macro 12)/Colector glassware (Macro 12)	47006
Rampa vidrio (Macro 20)/Ramp glassware (Macro 20)	47001
Colector vidrio (Macro 12)/Colector glassware (Macro 20)	47005
Rampa vidrio (Micro 12)/Ramp glassware (Micro 12)	47013
Colector vidrio (Micro 12)/Colector glassware (Micro 12)	47014
Rampa vidrio (Micro 24)/Ramp glassware (Micro 24)	47015
Colector vidrio (Micro 24)/Colector glassware (Micro 24)	47016
Rampa vidrio (Micro 40)/Rampa glassware (Micro 40)	47011
Colector vidrio (Micro 40)/Colector glassware (Micro 40)	47012

8. Esquema eléctrico

× Conexion para sonda tipo K.



Código de colores para los cables del termopar:
(Termocouple wiring identification)

Color funda: (Cover color)	(+)	(-)
Amarillo (Yellow)	Amarillo (Yellow)	Rojo (Red)
Verde (Green)	Rojo (Red)	Verde (Green)
Verde (Green)	Verde (Green)	Blanco (White)
Rojo (Red)	Rojo (Red)	Azul (Blue)
Magenta	Amarillo (Yellow)	Magenta

REV	FECHA	DESCRIPCION			
A	08.03.00	Añadida otra sonda Termopar Tipo K.			
B	20.02.01	Modificados colores para cables termopar.			
POS.	CODIGO	DENOMINACION	MODELO	CANT.	ARTICULO
1	15512	BASE CONEXION	8 PINS	1	
2	43026	SONDA TERMOPAR	TIPO K	2	
3	39070	RESISTENCIA CALEFACTORA	230V 1600W	1	4000507-4001050
3	39069	RESISTENCIA CALEFACTORA	230V 2100W	1	4000508-4001051
3	39068	RESISTENCIA CALEFACTORA	230V 2500W	1	4000509-4001052
DIBUJADO		FIRMA		COMPROBADO	
NOMBRE		G.H.F.		R.R.	
FECHA		20.02.01		20.02.01	
J.P. SELECTA S.A.		BLOC-DIGEST (230V)		CODIGO CABLEADO	REV
ABRERA		4000507/8/9 - 4001050/1/2			B
				PLANO	NUMERO
					E.90520
				SUB	02

9. Análisis de Kjeldahl paso a paso

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 que contenga como mínimo 5 mg de nitrógeno.

Digestión

- Añadir entre 10 y 15 ml (tubo macro) de H_2SO_4 96-98% y 1 tableta (8 gm) de catalizador (para el tubo micro, el máximo de H_2SO_4 es 5ml).
- Montar un sistema para la extracción de humos o Scrubber con Na_2CO_3 .
- 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.

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. (10ml 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 en el destilador.



Destilación (con valoración automática)

- Comprobar el nivel de los depósitos de NaOH, HCl y Solución fijadora. Comprobar que las bombas dosificadoras están cebadas y dosifican los volúmenes correctos.
- Programar una dosificación de 50 a 75 ml de NaOH. (35ml para MICRO)
- Programar la normalidad del reactivo de valoración.
- Introducir el tubo con la muestra en el destilador.
- Iniciar la destilación / valoración.
- El PRO-NITRO «A» indica el Nitrógeno detectado al final del análisis.

Control Visual: Una vez se ha añadido el NaOH, la muestra debe tomar una coloración azulada. De no ser así, añadir más NaOH pulsando «▲» antes de que se inicie la valoración. Una pulsación = 20ml

Cálculo del % de proteínas

- Aplicar el factor proteínico, según la naturaleza de la muestra, al nitrógeno detectado según la fórmula:

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

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

10. Hidrólisis previa en la determinación de grasas (Soxhlet)

Material necesario (para 6 muestras):

- 6 embudos vidrio Ø100mm
- 6 papel de filtro Ø100 normal (no lento).
- Equipo completo de digestión.
- 6 Erlenmeyer 500ml.
- Baño para calentar agua a 60°C

Reactivos necesarios:

- 1L. de HCl 4N (350ml de HCl 35% y completar hasta 1L. con agua destilada).
- Gránulos de piedra pómez.

Procedimiento:

- Numerar los tubos de digestión.
- Pesar unos 3gr. de muestra y colocarla en el tubo de digestión.
- Añadir 150 ml de HCl 4N en cada tubo.
- Añadir una cucharada de gránulos de piedra pómez.
- Poner en el bloque y digerir a 150°C - 200°C durante 1 hora (ver tabla de la página 12). Debe hervir de forma lenta.
- Retirar el bloque digestor y dejar enfriar.
- Preparar los Erlenmeyer con los embudos y el papel de filtro. (Ver foto)
- Numerar los Erlenmeyer.
- Verter el contenido del tubo muestra en el embudo con papel de filtro.
- Limpiar el tubo con agua caliente (60°C) y verterla sobre el embudo. Repetir hasta que el agua que salga del filtro sea transparente.
- Echar agua caliente (60°C) sobre el embudo.
- Vaciar los Erlenmeyers.
- Repetir la operación hasta que el agua del Erlenmeyer salga transparente (mínimo 10 veces).
- Dejar escurrir completamente el papel de filtro.
- En el filtro se observará que queda la grasa de la muestra.
- Proceder a la extracción con el equipo Det-gras: secar 2-3h, extraer en dos fases: hervir, enjuagar y secar 30 min



11. Digestión en la determinación de la D.Q.O.

- Añadir 5.0 ml de dicromato potásico y algunas bolas reguladoras de la ebullición a la muestra y agitar cuidadosamente.
- Añadir lentamente 15 ml de sulfato de plata-ácido sulfúrico, agitar cuidadosamente el tubo con un movimiento circular, enfriar bajo agua corriente fría o en un baño de hielo, con el fin de evitar toda pérdida de sustancias orgánicas volátiles.
- Colocar los tubos preparados en la gradilla porta-tubos sobre su soporte. Con la ayuda de la gradilla se introducen en el bloque metálico calefactor.
- Acoplar sobre cada tubo un refrigerante de manera que encajen bien las juntas esmeriladas.
- Programar la temperatura de trabajo (170-200°C) y el tiempo de duración (unas 2h) del reflujo en el regulador de temperatura y el tiempo RAT.
- Pulse "START", y en ese momento empezará a calentar el bloque metálico donde están colocados los tubos. Lo hará de una manera progresiva, cuando alcance la temperatura preseleccionada empezará a contar el tiempo de reflujo.
- Una vez finalizado el tiempo de reflujo se para automáticamente la calefacción en el bloque metálico y suena un indicador acústico. En ese momento pulsar "STOP" para dar por finalizado el proceso.
- Dejar enfriar un poco los tubos y lavar las proyecciones que hayan podido producirse en la pared interna de los refrigerantes dentro del recipiente de muestra con un pequeño volumen de agua destilada.
- Se separan los refrigerantes de los tubos, se extraen los tubos con ayuda de la gradilla, que se coloca en el soporte. Se diluye la muestra con 75 ml de agua destilada y se enfría a temperatura ambiente.
- No utilizar el equipo en atmósferas explosivas, inflamables ni corrosivas.

Aviso a los clientes:



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

1. Information and warranty

- Handle the parcel with care. Unpack and check that the contents coincide with the packing-list. If any part is damaged or missing, please advise the distributors immediately.
- Do not install or use the equipment without reading this handbook first. This instruction manual must be attached to the equipment and must be available for all users.
- If you have any doubts or enquiries, contact with J.P. SELECTA's technical service.
- Do not use the equipment in explosive, flammable or corrosive atmospheres.

1.1 Warranty

This product is guaranteed for one year. Warranty does not cover damages by an improper use or causes beyond the control of J. P. SELECTA, s.a.u.

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

2. Packing List

Packing list contents for each product:

4000629 BLOC DIGEST 6x tube Ø42

Heater block 6p	4000507
Temperature profiler:	4001538
Tube rack	4005071
Digestion macro tubes	4042300 6x
Fume collector	4005072
Control wire	0403507
Power supply cord.	0007001

4000630 BLOC DIGEST 12x tube Ø42

Heater block 12p	4000508
Temperature profiler:	4001538
Tube rack	4005081
Digestion macro tubes	4042300 12x
Fume collector	4005082
Control wire	0403507
Power supply cord.	0007001

4000631 BLOC DIGEST 20x tube Ø42

Heater block 20p	4000509
Temperature profiler:	4001538
Tube rack	4005091
Digestion macro tubes	4042300 20x
Fume collector	4005092
Control wire	0403507
Power supply cord.	0007001

4001047 BLOC DIGEST 12x micro tube Ø26.

Heater block 12p	4001050
Temperature profiler	4001538
Tube rack	4001045
Macro digestion tubes	4042300 6x
Fume collector	4001056
Control wire	0403507
Power supply cord.	0007001

4001048 BLOC DIGEST 24x micro tube Ø26.

Heater block 20p	4001051
Temperature profiler	4001538
Tube rack	4001045
Macro digestion tubes	4042300 6x
Fume collector	4001057
Control wire	0403507
Power supply cord.	0007001

4001049 BLOC DIGEST 40x micro tube Ø26.

Heater block 6p	4001052
Temperature profiler	4001538
Tube rack	4001045
Macro digestion tubes	4042300 6x
Fume collector	4001058
Control wire	0403507
Power supply cord.	0007001

4000638 Thermoreactor DQO 6x tube Ø42.

Heater block 6p	4000507
Temperature profiler	4001538
Tube rack	4005071
Tube D.Q.O.	1000641 6x
Reflux condenser	1000642 6x
Condenser tube stand 6x	4000643
Control wire	0403507
Power supply cord.	0007001

4000639 Thermoreactor DQO 12x tube Ø42.

Heater block 12p	4000508
Temperature profiler	4001538
Tube rack	4005081
Tube D.Q.O.	1000641 12x
Reflux condenser	1000642 12x
Condenser tube stand 12x	4000644
Control wire	0403507
Power supply cord.	0007001

4000640 Thermoreactor DQO 20x tubo Ø42.

Heater block 20p	4000509
Temperature profiler	4001538
Tube rack	4005091
Tubes D.Q.O.	1000641 20x
Reflux condenser	1000642 20x
Condenser tube stand 20x	4000645
Control wire	0403507
Power supply cord.	0007001

3. Equipment description

Digestion unit BLOC-DIGEST is used for digestion in Kjeldahl nitrogen determination and measurement of the COD. Other possible application is hydrolysis of samples in determining fat.

The digestion equipment usually uses a heating block, a control unit, a rack for sample tubes manipulation and a fumes removal system.

For smokes neutralization some other equipments are needed:

4001611 Scrubbing unit

4001610 Water circulation pump

The heater block houses the digestion tubes, in order to get an optimal heating transfer to samples. It only uses tubes with suitable diameter according to the heater.

The heater is protected against overtemperature with a device that cuts the power supply if temperature exceeds 550°C.

The temperature of the heating block is regulated by the control unit that is separated from the heating block to prevent spoilage splashes, spills, fumes, etc. This unit (RAT 2) allows up to 20 programs of 4 steps for temperature and time.

In the Kjeldahl digestion or hydrolysis our for heating in several steps allows optimal control of the foams produced, to be able to evaporate water from the sample before digestion at 400 ° C

For extracting the fumes produced by the digestion, fume collector may be used with a jet pump, a sucker or scrubber.

Binding of steam hood with the sample tube is not airtight. This allows absorbing small explosions without damaging the glassware. The extractor fan leads to the drain due to the vacuum or suction produced at the end of the collector outlet tube. Therefore it is essential to the proper functioning of the jet pump must produce a negative pressure of 0.6 bar.

For D.Q.O. digestion fumes that are not removed no fumes are extracted but few glasses condense the steam produced is used and return the liquid to the tube sample. (Reflux condenser).



The Kjeldhal digestion systems evolve irritating acid fumes.

They need a proper installation for treating released fumes.

3.1 Main parts and assembly

Assembly the digester's system according this guide.

Note: The fumes have, for storing and transportation, a small metal part to protect the white gasket.

Remove this parts if they are from metal.

Fumes removal

Allocated over the sample tubes, they drive the fumes to scrubbing and neutralizer system.

Digestion tubes

Allocates the samples.

Temperature controller RAT

Controls the temperature profiles applied to samples.

Sample tubes rack

Accommodates the sample tubes to allow its transportation and provides a thermal isolation when they are on the heater block.

Heater

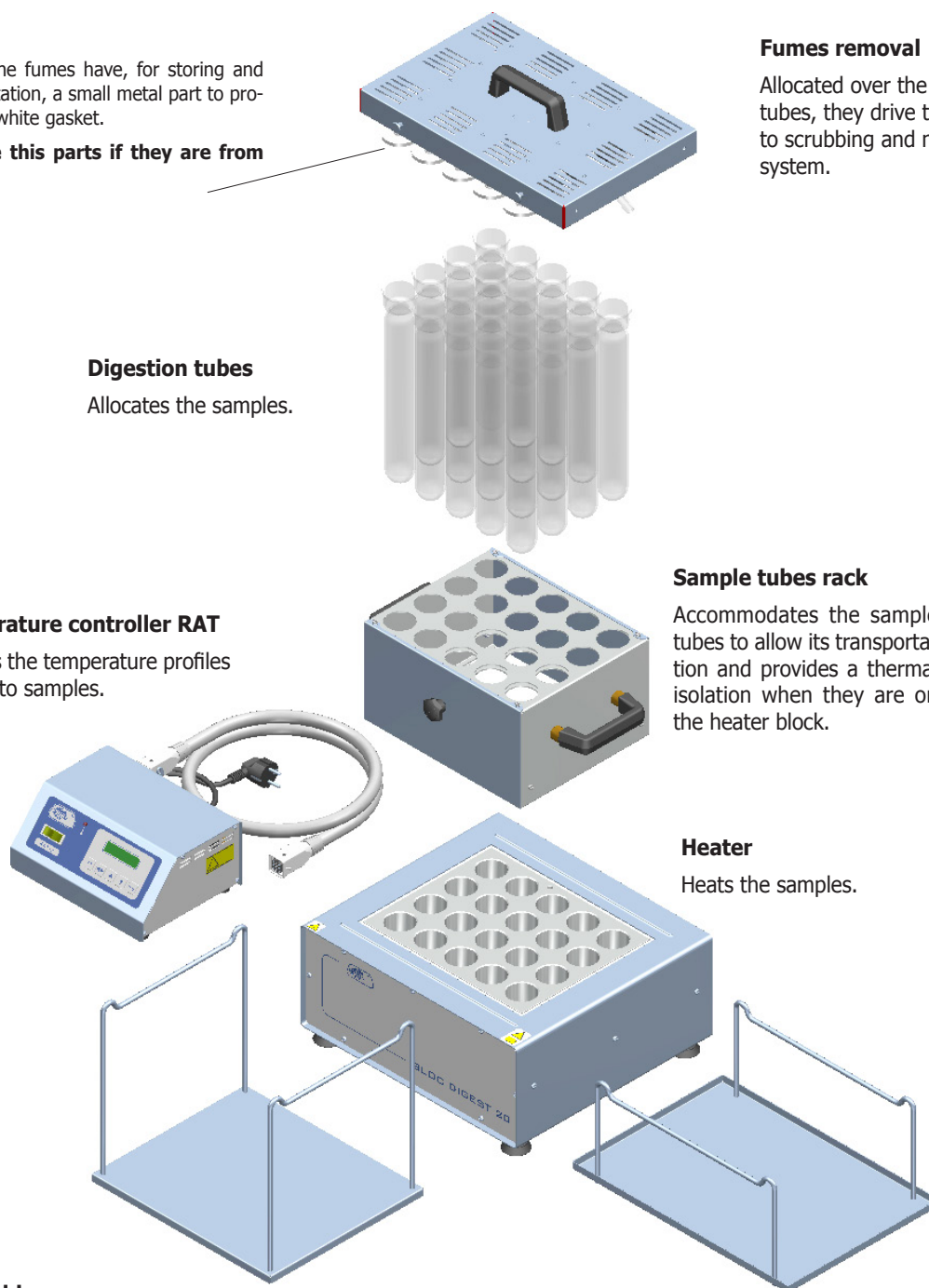
Heats the samples.

Grid holder

Acomodates the sample tube rack when it's outside of the heater.

Fumes removal holder

Allocates the fumes collector caps when its outside the heater system.



3.2 Technical specification (Digester blocks)

Block:	6x MACRO	12x MACRO	20x MACRO	12x MICRO	24x MICRO	40x MICRO
Tubes:	6x Ø42	12x Ø42	20x Ø42	12x Ø42	24x Ø42	40x Ø42
Electric power: (W)	1600	2100	2500	1600	2350	2500
Weight (kg)	18	25	31	16	22	27

Process control:

Temperature range:	45..450°C
Load maximum power:	10A
Temperature stability:	±1°C
Memory:	20 programs of 4 steps
Maximim time per step:	600 minutes
RS-232 serial communication:	Optional

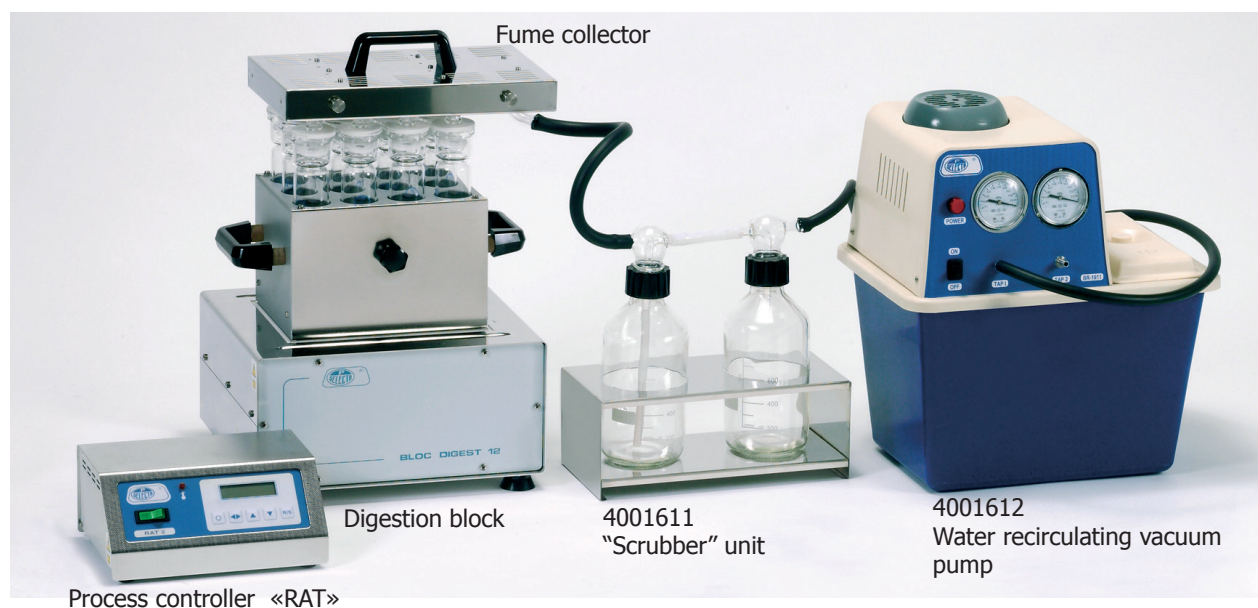
4. Installation

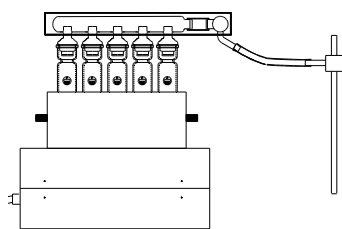
Installing a Kjeldahl digestion system requires a suitable place for it specifically, due to acid fumes generated during digestion.

The installation within cabins, hoods, ... should consider the compatibility of the materials used with acidic fumes.

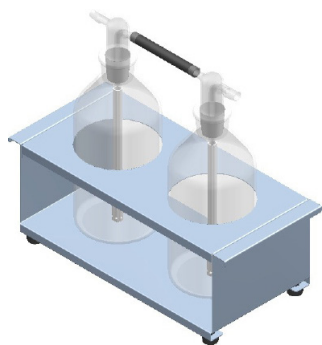
It is best to neutralize the acid fumes through a "scrubber" and a suction pump. The scrubber that contains a concentrated solution of calcium carbonate, the effect of the vacuum produced by the "Pump" digestion gases pass through the calcium carbonate solution that neutralizes the gases released by the evaporation of sulfuric acid digestion.

"Scrubber" unit 4001611





Assembly with fume extraction by vacuum tube (Its effectiveness depends on the vacuum tube).



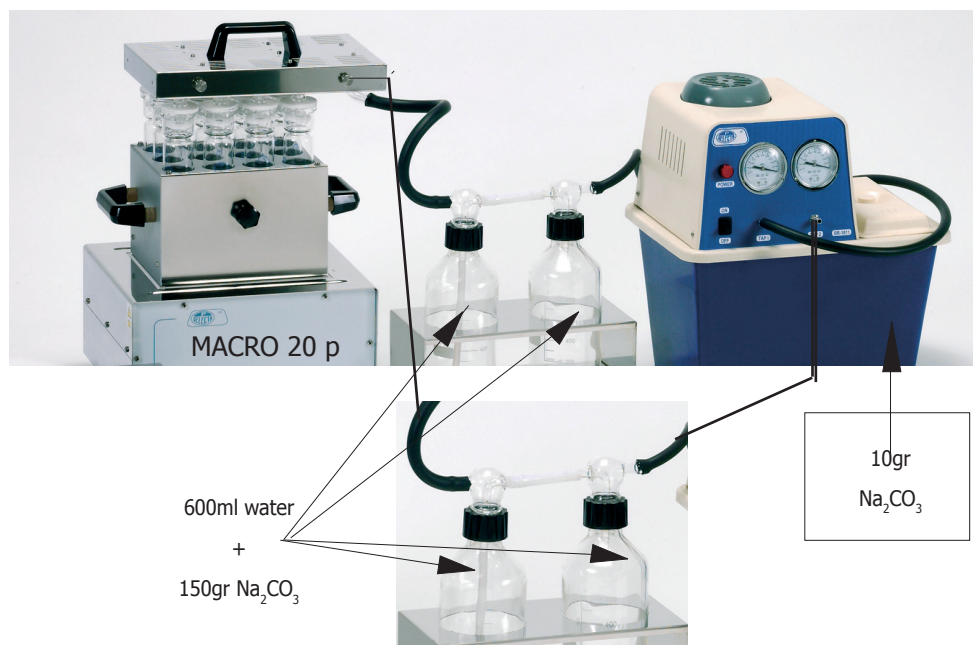
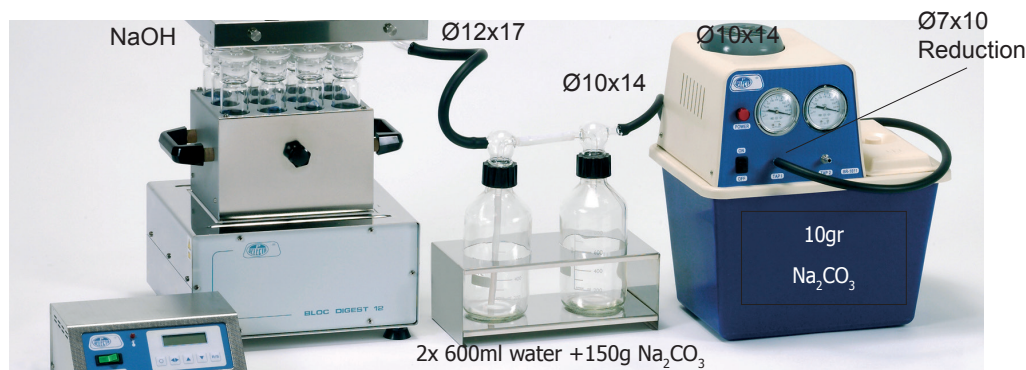
"Scrubber" unit 4001611

- Place all the equipment on an appropriate construction (table, bench, ...) to the weight of it.
- Remote or isolated from the presence of personnel.
- Need several outlets.

Details for fume extraction:

1. Kjeldahl digestion generates highly corrosive acid fumes and irritating to humans and animals. They are not toxic.
2. Although means for extracting fumes are installed, it should be set in an isolated area of the laboratory.
3. Avoid unnecessary exposure to fumes.
4. If installed in a fume hood, this must be constructed of suitable materials, plastics, glass, ...
5. The draw-fumes with a jet vacuum pump may be sufficient, but within an enclosed with external ventilation. Its effectiveness depends on the actions of the vacuum tube. A water tap (with a minimum pressure of approximately 2.5 bar) and a drainage are needed.
6. Fumes extraction with a scrubber unit or two and a vacuum pump water circulation is recommended. It can be done without hoods or booths.
7. For MACRO 20 places systems, it is recommended installing two Scrubber units both connected to the two vacuum inputs.

Vacuum pump for the absorption of fume.



ATTENTION:

Possible splashes of
sulfuric acid.

Use

gloves and

protective goggles

in the manipulation of the rack with
samples

or to approach the digester for visual
inspection.

**WARNING:**

Use gloves.

**The drops that falls
from the
collector or the hoses
are from
sulphuric acid.**

**Manipulate with caution
to avoid chemical burns on the
skin.**

4.1 Digestion process operation

The suggested sequence for preparing and starting the complete digestion system is:

- Prepare the reagents and the samples in the digestion tubes. See the digester's instructions.
- Program the temperature controller for a three steps digestion cycle. According to the digester instructions manual.
- Insert the sample tubes in the block-digester and cover them with the fume collector.
- Check that the vacuum pump is ready. That is, the water tank and the external circulating in OFF.
- Check that the scrubber bottles have the sodium carbonate solution.
- Assembly the hoses:

Ø 10 hose from the Scrubber to the vacuum pump.

Ø 12 hose from the collector to the Scrubber.

- Start the digestion cycle from the temperature controller.
- Start the vacuum pump.
- **Visually check every 30 or 40 minutes, the digestion process.**
- When finishing the digestion process, the temperature process beeps.

Then carry out the following operations, with caution:

- Remove the tubes rack from the digester without disconnecting any hose and leave it on the holder.
- Keep the vacuum pump on.
- Remove the fume collector from the tube rack and leave it on the holder.

- **Fume collector cleaning:**

You can simply clean the fume collector with water.

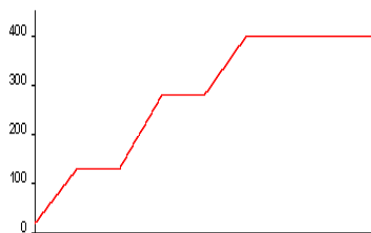
- **Water tank emptying:**

To empty the tank, just remove the «emptying tube» from the upper connector.

- **Water circulating function:**

The vacuum pump can also work as a water closed circuit.

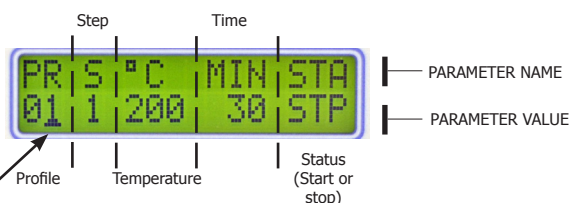
- Connect the hose to the «water circulating out port».
- Place the «water circulating switch» in the ON position.
- When starting the pump, this will move the tank water to the «water circulating out port».



The RAT temperature profiler perform "profiles" as a sequence of "steps" defined with time and temperature.

5. Programming temperature profiler

5.1. Information shown on display



Note: Pay attention where the cursor is located.

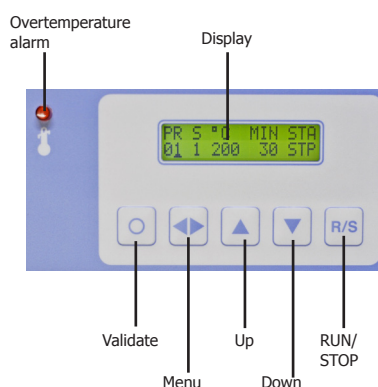
5.2. Profiler states

There are four possible states of the RAT controller.

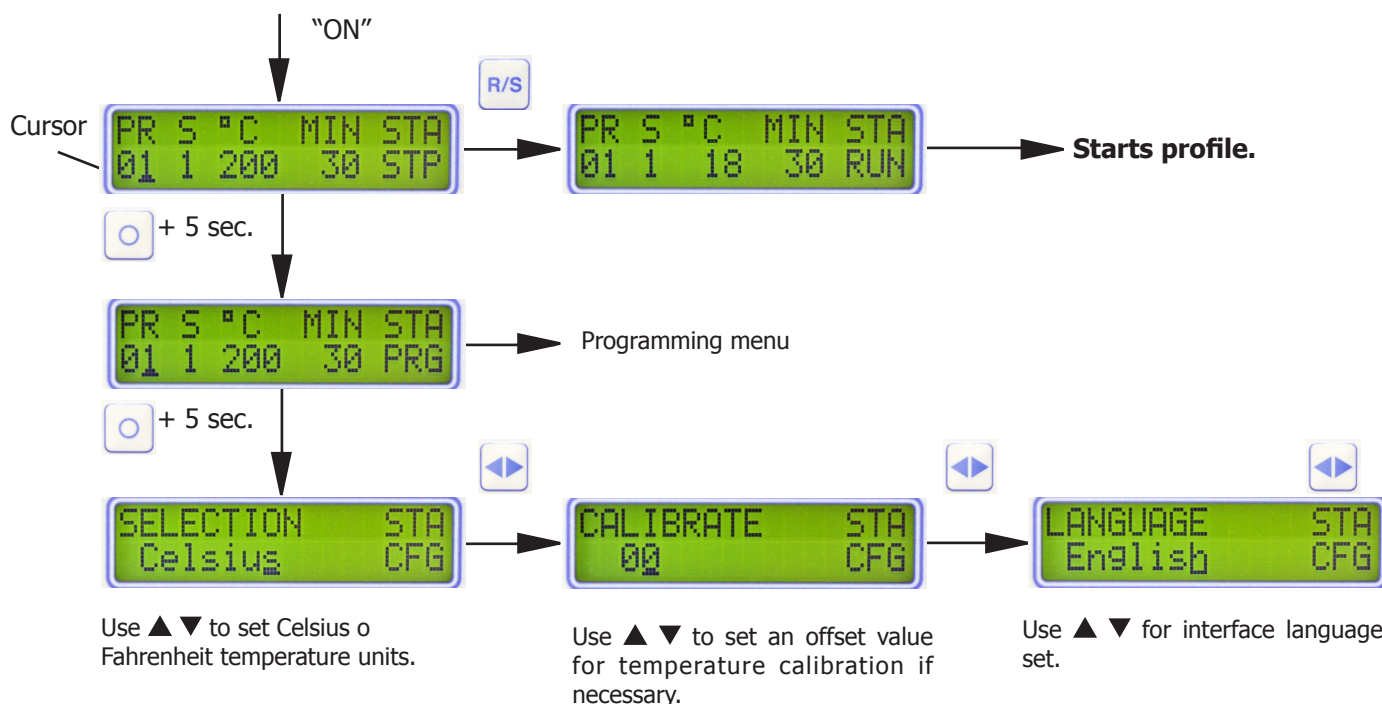
- STP: "Stop" which is the default state, waiting for the user to select a temperature profile to execute or modify.
- RUN: The controller executes a temperature profile.
- PRG: Menu for programming a temperature profile.
- CFG: Configuration options, units and calibration.

Note: State: PRG and CFG, the controller returns to the state STP if no key is pressed for more than 10s.

Note: Once the program running is stopped by pressing the R / S key.



5.3. Main menu



5.4. Programming menu

Select a profile to configure (default PR 1).

```
PR S °C MIN STA
01 1 200 30 STP
```

 + 5
seconds

```
PR S °C MIN STA
01 1 200 30 PRG
```

Select a step (step) to configure it (default Step 1) by using keys ▲ ▼.



```
PR S °C MIN STA
01 1 200 30 PRG
```

Temperature selection keys using ▲ ▼. The temperature should always be higher than the previous step (by default, the computer displays the temperature of the previous step).



```
PR S °C MIN STA
01 1 200 30 PRG
```

Select duration (minutes) step using the keys ▲ ▼.



```
PR S °C MIN STA
01 2 200 OFF PRG
```

Continue to the next step.

⋮

```
PR S °C MIN STA
01 3 200 OFF PRG
```

The temperature profile that ends in step lasts "OFF".



```
PR S °C MIN STA
01 1 200 30 STP
```

5.5. Review a temperature profile

In stop state (STP) and using the arrows, program steps are displayed one to query parameters.

```
PR S °C MIN STA
01 1 200 30 STP
```

```
PR S °C MIN STA
02 1 250 30 STP
```

6. Profiles for digestion process

The possibility of performing a process of digestion temperature profile has several advantages, especially in the control of foam produced by the control samples and smoke generation.

Control foam production.

The foam production during digestion has to be controlled, otherwise the foam may overflow tube height of digestion and go outside, with two consequences:

- Damaging the block heater. (The foam contains sulfuric acid)
- Causing loss of sample.

The foam is caused by the moisture (water) sample. So the first step temperature profile is dedicated to the removal of moisture (water) sample.

Control of production Smokes.

Fuming during digestion has to be controlled, otherwise these fumes, highly acidic, are sent to the atmosphere.

The second step of the temperature profile is dedicated to smoke control.

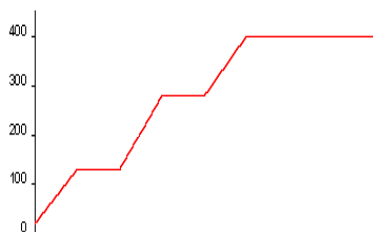
The Kjeldahl digestion has an area of "white smoke" to 300 ° C.

Profile typical Kjeldahl digestion.

Step 1: 125° 30 'Extract moisture.

Step 2: 300° 30 'Checking white fumes.

Step 3: 400° 60 'ammonium mineralization.



RAT controller executes temperature "profiles", as a sequence of "steps" defined with time and temperature.

- Dried Samples: Example: cereals: Step 1 may be 15 '
- Normal Samples: Example: Meat: Step 1 may be 30 '
- Samples "water": Example: residual waters: Step 1 may be 90 '

Examples of other "steps that may be necessary according to the sample:

- Low recovery of ammonium: Increase step 3
- Foam: Add a step to 150
- Excess smoke: add a step to 280.

Overall for better control, use more steps in the profile.

Profile for COD digestion.

Step 1: 150° 15 '

Step 2: 170° 60 'Digestion.

Profile Objective: providing a gentle rise in temperature.

Profile for hydrolysis (in determining fat SOXHLET).

Step 1: 150° 15 '

Step 2: 170° 60 ' Digestion.

Profile Objective: providing a gentle rise in temperature.

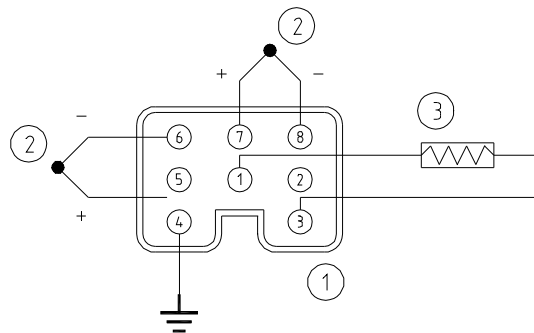
7. Spare parts

To ensure safety of the equipment spare parts must be purchased from, J.P. SELECTA, s.a.u.

Descripción / Description	Código/Code
Resistencia/Heater element 1600W (Macro 6)	39070
Resistencia/Heater element 1600W (Micro 12)	
Resistencia/Heater element 2100W (Macro 12)	39069
Resistencia/Heater element 2100W (Micro 24)	
Resistencia/Heater element 2500 W (Macro 20)	39068
Resistencia/Heater element 2500 W (Micro 40)	
Sonda tipo K / K termocuple probe	43026
Junta vitón blanco(Macro) /White viton gasket (Macro)	21157
Junta tórica vitón verde (Macro)/Green viton o-ring gasket (Macro)	21158
Junta vitón negro (Micro)/Black viton gasket	21167
Tubo viton / Viton tube	46084
Rampa vidrio (Macro 6)/Ramp glassware (Macro 6)	47003
Colector vidrio (Macro 6)/Colector glassware (Macro 6)	47007
Rampa vidrio (Macro 12)/Ramp glassware (Macro 12)	47002
Colector vidrio (Macro 12)/Colector glassware (Macro 12)	47006
Rampa vidrio (Macro 20)/Ramp glassware (Macro 20)	47001
Colector vidrio (Macro 12)/Colector glassware (Macro 20)	47005
Rampa vidrio (Micro 12)/Ramp glassware (Micro 12)	47013
Colector vidrio (Micro 12)/Colector glassware (Micro 12)	47014
Rampa vidrio (Micro 24)/Ramp glassware (Micro 24)	47015
Colector vidrio (Micro 24)/Colector glassware (Micro 24)	47016
Rampa vidrio (Micro 40)/Rampa glassware (Micro 40)	47011
Colector vidrio (Micro 40)/Colector glassware (Micro 40)	47012

8. Wiring diagram

× Conexion para sonda tipo K.



Código de colores para los cables del termopar:
(Termocouple wiring identification)

Color funda: (Cover color)	(+)	(-)
Amarillo (Yellow)	Amarillo (Yellow)	Rojo (Red)
Verde (Green)	Rojo (Red)	Verde (Green)
Verde (Green)	Verde (Green)	Blanco (White)
Rojo (Red)	Rojo (Red)	Azul (Blue)
Magenta	Amarillo (Yellow)	Magenta

REV	FECHA	DESCRIPCION			
A	08.03.00	Añadida otra sonda Termopar Tipo K.			
B	20.02.01	Modificados colores para cables termopar.			
POS.	CODIGO	DENOMINACION	MODELO	CANT.	ARTICULO
1	15512	BASE CONEXION	8 PINS	1	
2	43026	SONDA TERMOPAR	TIPO K	2	
3	39070	RESISTENCIA CALEFACTORA	230V 1600W	1	4000507-4001050
3	39069	RESISTENCIA CALEFACTORA	230V 2100W	1	4000508-4001051
3	39068	RESISTENCIA CALEFACTORA	230V 2500W	1	4000509-4001052
DIBUJADO		FIRMA		COMPROBADO	
NOMBRE		G.H.F.		R.R.	
FECHA		20.02.01		20.02.01	
J.P. SELECTA S.A.		BLOC-DIGEST (230V)		CODIGO CABLEADO	REV
ABRERA		4000507/8/9 - 4001050/1/2			B
				PLANO NUMERO	SUB
				E.90520	02

9. Kjeldahl analysis step by step

9.1 Sample Preparation

- Grind, mix thoroughly and mix the sample.
- Weigh between 1 and 2 grams of sample.
- In samples with very small nitrogen content (sewage, etc) take enough samples containing at least 5 mg of nitrogen.



9.2 Digestion

- Add between 10 and 15 ml (tube macro) 96-98% H₂SO₄ and 15-20 g of catalyst (for the micro tube is maximum 5ml H₂SO₄).
 - Set up a system for the extraction of fumes or scrubber with NaOH.
 - Perform digestion in three steps:
 1. Depending on the water content of the sample digestion start evaporating water at 150 for 20 to 60 minutes.
 2. Perform a second step at 280°C for 30 minutes to reduce the production of white fumes.
 3. Continue digestion at 400 for 60-90 minutes.
- Visual Control: The result is a clear liquid with clear, green or blue coloration depending on the catalyst used. There should be no black debris attached to the tube wall.

Note: During digestion foam production in the samples must be controlled. If this is excessive, should be extended step # 1.



9.3 Dilution

- Remove the tubes shows the block digester and allow to cool to room temperature (It may be forced immersing the tubes cautiously in a little water).
- Add about 25ml of water to each tube (10 Tube MICRO).
- Add the water slowly and moving the tube if allowed to solidify the sample. If necessary, gently heat the tube (for example introducing it into the heating block still hot).
- Allow to cool back to room temperature.
- Avoid loss of nitrogen and violent reactions to insert the distillers still hot tube.

9.4 Distillation

- Check the level of NaOH and Boric Acid in the tank. Check that the metering pumps are primed and meter the correct volumes.
- Place a 250ml Erlenmeyer flask to the condenser with 50 ml of boric acid and a few drops of indicator.
- Schedule a dosage of 50-75 ml of NaOH (25ml for MICRO).
- Insert the sample tube into the distiller.
- Distill to collect in 250ml Erlenmeyer (50ml distillate Boric 200ml).

Visual Control: Once the NaOH was added, the sample must have a bluish color, if not, add more NaOH.

9.5 Tritation and calculation

- Titrate the distillate with HCl or H₂SO₄ 0.1 or 0.25 N to change colour (Endpoint: pH 4.65).
- Perform the calculation: Nitrogen mg = 14 * Volumen HCl * Normality.
- To move to protein corrected by the appropriate factor depending on the nature of the sample (6.25 by default).
- Periodically perform a blank test and subtract the result.

10 Hydrolysis for fat determination

Material: (for 6 samples)

- 6 glass funnels Ø100mm
- 6 filter papers Ø100 normal (not slow one)
- 6 digestion tubes (SELECTA code 4042300)
- Complete digestion system.
- 6 Erlenmeyer 500ml.

Reagents needed:

- 1L of HCl 4N (350ml de HCl 35% and add until 1L. with distilled water)
- Granules of pumice stone.

Procedure:

- Number the digestion tubes.
- Weight around 3gr. of sample and put it into the digestion tube.
- Add 100 ml of HCl 4N in each tube.
- Add a spoonful of granules of pumice stone.
- Place this into the block and digest at 100°C - 130°C during 1 hour (see page 27 table). It must boil slowly.
- Retire the digestion block and let it cool down.
- Prepare the Erlenmeyer with the funnels and the filter paper. See the photo below.
- Number the Erlenmeyer.
- Empty the content of the sample tube into the funnel with filter paper.
- Clean the tube with water and empty into the funnel. Repeat it until the water from the tube is transparent.
- Put water on the funnel.
- Empty the Erlenmeyers.
- Repeat the operation until the water from Erlenmeyer is transparent (about 5 times).
- Let completely dry the paper filter (1 hour).
- You will observe that the filter keeps the sample fat.
- Proceed to the extraction with the det-gras equipment. Let dry for 5h, and to extract in two phases: Boiling and rinsing and let dry for 30 minutes.



11 Digestion on C.O.D. determination

- Add 5.0ml of potasic dichromat and some glass balloons to regulate ebullition to the sample and it is homogenized carefully.
- Add slowly 15ml. of silver sulphate - sulphuric acid, shaking the tube carefully with a circular movement, cooling down with cool water of the tap or an ice bath, in order to avoid any loss of organically volatile substances.
- Place the tubes dully prepared into the rack tubes holder on their support. With the help of a rack, insert it into the heating block.
- Join on each tube a refrigerant in order to fit correctly the polished gaskets.
- Program the operating temperature (170-200°C) and the length time (around 2 hours) of the back flowing into the temperature regulator and RAT time.
- Press on «START» and at this moment the metallic block will heat where the tubes are placed. This will be done in a progressive way and when the preselectionated temperature is reached, the time of back flowing will be counted.
- Once the time is finished, the heating in the metallic block stops automatically and an acoustic sound is heard. At this moment, you should press on «STOP» in order to finish the process.
- Let the tubes cool down for a while and clean the projections that have been produced in the inner wall of the refrigerants into the sample recipient with a little volume of distilled water.
- Separate the refrigerants from the tubes, and the tubes are extracted with the help of the rack, that is placed on the support. The sample is diluted with 75 ml. of distilled water and it is cooled down at ambient temperature.

Notice to customers:



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