

1. Objeto

Describir el procedimiento de operación del destilador BUCHI modelo B-324

2. Alcance

No aplica

3. Referencias normativas

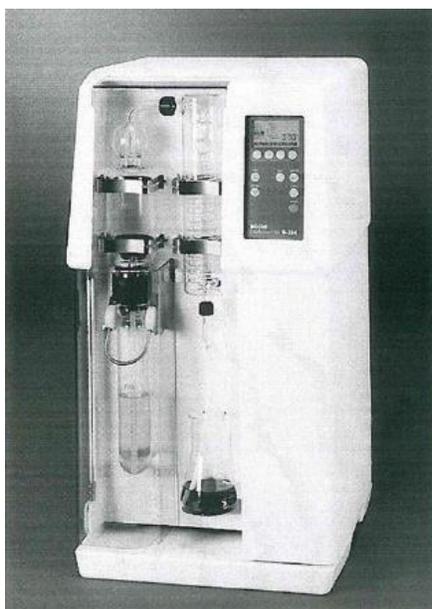
- Manual de operación, BUCHI, destilador, Modelo B-324, BUCHI.

4. Definiciones

- Ácido bórico.** Es un compuesto químico que contiene boro, hidrógeno y oxígeno. Es un ácido débil. Existe en forma de cristales incoloros o de polvo blanco y es soluble en el agua.
- Destilador.** Es un equipo usado para destilar mezclas de líquidos con distinto punto de ebullición haciendo que hiervan y luego enfriando para condensar el vapor.
- Refrigeración.** Es un proceso que extrae el calor de un ambiente para trasladarlo a otro y conseguir así que el primer punto se enfríe.

5. Condiciones generales

Figura 1. Destilador Buchi



CARACTERISTICAS	Vaciado automático del tubo de muestra y vaso de recepción
	Partes funcionales accesibles frontalmente a través de una puerta de servicio
	Dosificación automática de ácido bórico, hidróxido sódico y agua
	Regulación de la potencia de vapor (30 bis 100 %)
	Capacidad de memoria de hasta 20 métodos del cliente
APLICACIONES	Sensor de pantalla de protección y puerta de servicio
	Determinación de nitrógeno orgánico y proteínas según Kjeldahl
	Determinación de nitrógeno Devarda
	Determinación de componentes volátiles tales como alcohol, fenol, etc.
	Determinación TKN

PARAMETROS METODO DESTILACIÓN	DEL DE	Volumen de agua hidróxido de sodio y ácido bórico
		Demora y tiempo de destilación
		Contenido en volátiles
		Aspiración de la muestra y/o recuperación del destilado

Tasa de recuperación	≥ 99,4%
Reproducibilidad (RSD)	≤ +/- 1%
Límite de detección	≥ 0,2 mg nitrógeno
Automatización	Valorador METTLER TOLEDO DL22 F&B
Equipamiento opcional	Sensor de nivel para agua, hidróxido de sodio, ácido bórico y tanque de residuos
	Impresora

Funciones y especificaciones de la unidad de destilación BUCHI B-324.

La B-324 combina flexibilidad, gran confort de uso y máxima seguridad. El equipo se puede usar como simple unidad de destilación o convertirse con el valorador DL22 F&B en un sistema de análisis completamente automático.

Simplemente editar 5 parámetros de método, salvarlos como método y trabajar exactamente según los métodos oficiales, tales como AOAC, EPA, DIN, etc. El inteligente diseño del B-324 asegura la integridad de sus resultados gracias a la ausencia de trasvases, lo que excluye completamente el volumen muerto.

5.1 Seguridad

5.1.1 Utilización previa

El equipo ha sido concebido y construido como equipo para uso en laboratorio. La utilización que está prevista es la destilación de sustancias que se evaporan a la temperatura de ebullición del agua.

5.1.2 Utilización indebida

Toda utilización distinta a las mencionadas así como cualquiera que no corresponda a los datos técnicos es considerada como utilización indebida. Para cualquier daño que se produce a raíz de este tipo de utilizaciones el único responsable es el usuario del aparato.

Se considera como especialmente indebidas las utilizaciones que se relacionan a continuación:

- La utilización del equipo en dependencias que exigen el uso de aparatos antideflagrantes.
- La determinación de muestras capaces de explotar o inflamarse por golpe, fricción, calor o chispas (ejemplo: explosivos, etc)

5.1.3 Peligros básicos

Representan peligros básicos:

- Ácidos y lejías calientes
- Gases inflamables o vapores de disolventes en el entorno inmediato del aparato.
- Aparatos de vidrios dañados
- Una distancia insuficiente entre el aparato y la pared
- Quemaduras por entrar en contacto con elementos de vidrio calientes

5.1.4 Medias de seguridad

El destilador B-324 dispone de una puerta de seguridad vigilada que imposibilita la puesta en marcha de la destilación si se encuentra abierta. Un proceso de destilación en marcha se interrumpe de inmediato en el instante en que se abre la puerta. Del mismo modo, se detiene la dosificación de los reactivos.

Para todos los trabajos que se realizan con el equipo, obligatoriamente debe llevar gafas y guantes de protección así como una bata de laboratorio.

Como elemento fijo del destilador B-324, las presentes instrucciones de uso deben estar al alcance del personal de uso en todo momento y en el lugar de uso del equipo. La puerta de servicio solo se tiene que abrir para los efectos de limpieza. Con anterioridad se desconecta el equipo y se separa de toda fuente de tensión.

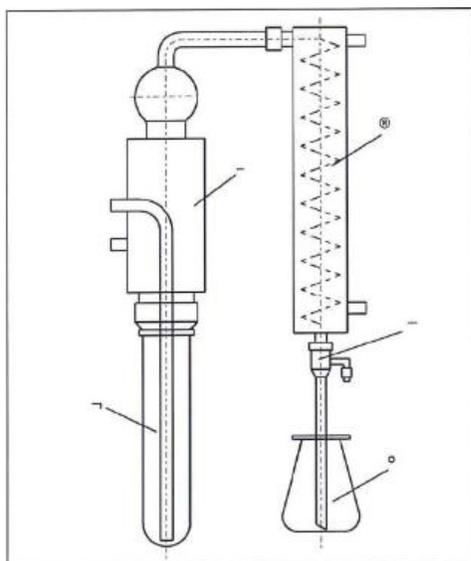
5.2 Función

El destilador modelo B-324 es un equipo indicado para la determinación del nitrógeno Kjeldahl y Devarda. Gracias a la función reguladora del vapor entre 30 y 100% el equipo puede servir además para realizar de modo simple otro tipo de destilaciones por arrastre de vapor de agua (ejemplo: la destilación de alcohol).

El interfaz/software preparado así como la bomba para el ácido bórico incorporado permite una automatización por medio de un tirador externo.

5.2.1 Principio funcional

Figura 2. Principio funcional



1	Recipiente de muestra
2	Protector contra salpicaduras
3	Condensador
4	Tubo de salida de destilado
5	Receptor

5.2.2 Función standby

El software del B-324 se ha programado de tal forma que al término de un intervalo de 30 minutos sin manejo del equipo, se desconecta la calefacción del mismo. El equipo señala este estado mediante la indicación el Display del estado "Standby".

Para reactivar el equipo, basta pulsar cualquier tecla. A continuación, el generador de vapor necesita un tiempo de 90 segundos para alcanzar el calor de la temperatura de servicio.

5.2.3 Titración estándar/On-line

El B-324, a través del interfaz TT, es capaz de enviar señales a un titrador externo. En el menú de configuraciones del B-324 dispone de 2 formas alternativas de envío de la señal:

Estándar

- La señal se envía al término del ciclo de destilación.
- El proceso de titración se lleva a cabo de forma independiente del B-324
- Al término de la titración el titrador envía la señal de vuelta al B-324
- El programa en el B-324 se lleva término tal y como queda definido en el menú de parámetros.

Online

- Tras discurrir el tiempo de destilación que se ha introducido, el B-324 envía la señal de inicio al titrador, la destilación continua hasta terminar la titración.
- El titrador envía la señal de vuelta al B-324. La destilación se termina.
- El programa en el B-324 se lleva a término tal y como queda definido en el menú de parámetros

5.3 Puesta en funcionamiento

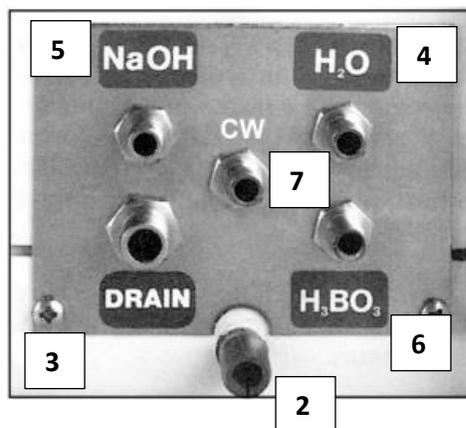
5.3.1 Lugar de instalación

El equipo debe instalarse sobre una base estable, limpia y nivelada. Por razones de seguridad, la distancia entre la parte trasera del equipo y la pared u otro objeto debe ser de al menos 30 cm. No debe haber contenedores, productos químicos u otros dispositivos ubicados detrás del aparato.

5.3.2 Conexiones de agua/reactivos

Puede suceder durante la operación inicial o en el cambio de mangueras que, como resultado de las mangueras de conexión vacías, la bomba de diafragma no pueda aspirar los reactivos. En este caso, se puede crear una sobrepresión en el recipiente con la pequeña bomba manual.

Figura 3. Parte trasera/conexiones de agua



1	Entrada de agua de refrigeración (no visible en la Figura 4)
2	Salida de agua de refrigeración
3	Drenar a la basura
4	Entrada de H ₂ O desde depósito de 10l
5	Entrada de NaOH desde tanque de 10l
6	Aporte de ácido bórico desde depósito de 10l
7	Salida de desbordamiento

5.3.3 Drenaje

- **Agua de refrigeración**

El drenaje del agua de refrigeración debe realizarse directamente en el desagüe. Para ello, la manguera de silicona debe acortarse a la longitud óptima. El desagüe no debe mostrar torceduras, curvas cerradas ni sifón.

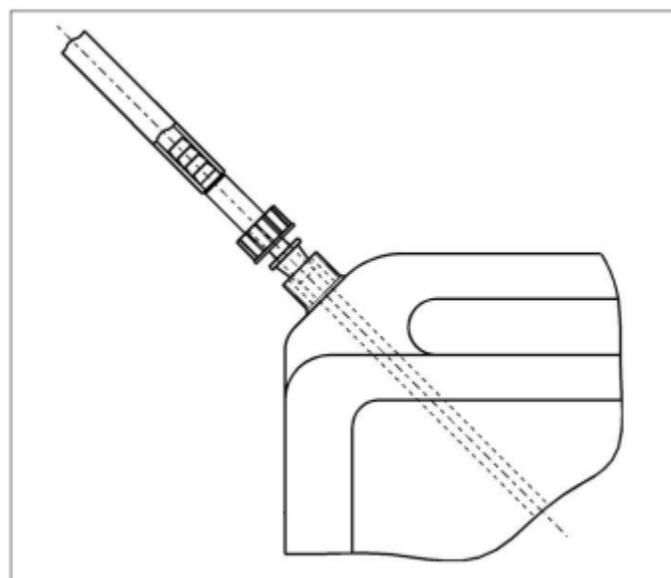
- **Mangueras de residuos/ aspiración**

La destilación y los residuos de la muestra se pueden aspirar y recoger por separado del agua de refrigeración. Para ello es necesario un bote separado. El depósito de recogida debe colocarse más bajo que el equipo, ya que de lo contrario no se garantiza el drenaje.

La salida de residuos se conecta a la conexión de "Drenaje" y se conduce al desagüe o al recipiente de residuos. La manguera debe acortarse a la longitud óptima y revisarse en busca de torceduras, curvas pronunciadas y sifón. La manguera solo se puede colocar a una distancia de aprox. 10 cm en el recipiente.

5.3.4 Conexión del tanque de almacenamiento

Figura 4. Conexión del tanque de almacenamiento



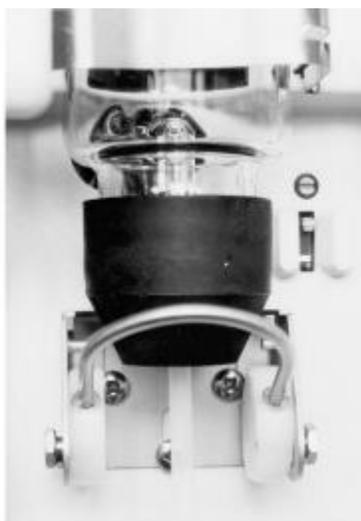
Las mangueras Nyflex están conectadas con los tubos de flujo. Los propios tubos se sujetan al depósito con las tapas roscadas. Las mangueras están conectadas a los adaptadores de mangueras apropiadas [4,5,6] en la parte trasera del equipo. No es necesario asegurar los tubos flexibles.

Los tanques de almacenamiento no deben colocarse más altos que el propio equipo y no más de 1 metro por debajo del equipo.

Los tanque de almacenamiento H2O sirven tanto como alimentación para el generador de vapor como para la dosificación de la muestra.

5.3.5 Conexión del tapón/soporte del recipiente de muestras

Figura 5. Portamuestras



Antes de la primera destilación, se debe examinar el soporte del recipiente de muestra y los tapones de conexión. Los dos tapones de conexión deben montarse sólidamente en el recipiente. Luego se instala el recipiente de muestra. Los tapones de conexión deben cerrar herméticamente el recipiente pero no deformarse. El ajuste del soporte del recipiente de muestra ya se lleva a cabo en la fábrica y solo debería ser necesario debido a las vibraciones del envío. El posicionamiento se efectúa entonces por medio del tornillo de cabeza ahuecada en el portavasos.

5.3.6 Conexiones periféricas

Figura 6. Parte trasera/conexiones eléctricas



Parallel	Interfaz para impresora
Serial	Interfaz RS 232 para PC
Keyboard	Conexión para un teclado externo

TTL	Titulador de interfaz
Level	Sensor de nivel de interfaz/ válvula de agua de refrigeración externa

6. Operación

6.1 Unidad operativa

Figura 7. Unidad operativa B-324



Observe que el aparato se ponga en funcionamiento.

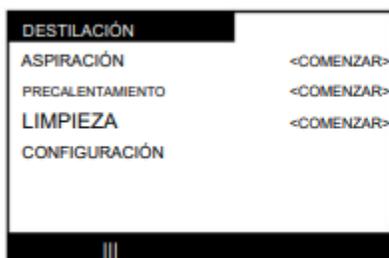
Teclas de función 1-4	Las 4 teclas de función tienen asignadas diferentes funciones según el menú de visualización
Up/Down	Con estos se eligen los menús individuales o los parámetros.
Edit	Abre el campo de diálogo para la entrada de parámetros.
Enter	Confirma la posición elegida y vuelve al menú
Start	Inicia la destilación según los valores de los parámetros actuales
Stop	Detiene inmediatamente la destilación en curso.

Las funciones aspiración, precalentamiento y limpieza también se inician desde el menú principal.

- **Descripción de las teclas de función**

Se pueden iniciar varias funciones con las teclas de función debajo de la pantalla de acuerdo con el menú.

6.2 Elección de los parámetros de destilación



Aparece el menú de destilación.



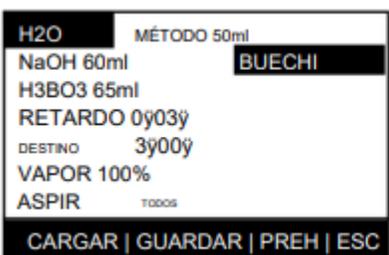
El valor actual parpadea abajo a la derecha



El parámetro "50 ml" se puede cambiar.



La cantidad de agua puede variar entre 0 y 200 ml



El nuevo valor se toma en el menú de parámetros.



Se elige el siguiente parámetro.



El valor actual de la dosificación de NaOH parpadea y se puede entró de nuevo.

H2O	MÉTODO 50ml	
NaOH 60ml		BUECHI
H3BO3 ml		
RETARDO 0y03y		
DEST 3y00y		
VAPOR 100%		65ml
ASPIR	TOBOS	
CARGAR GUARDAR PREH ESC		



Ahora se puede editar el valor de la cantidad de ácido bórico.

7. Documentos de referencia

- Bitácora del equipo

Historial de cambios

Versión	Fecha	Cambios	Elaboró / Modificó	Revisó	Aprobó
01	03/08/2022	Documento Nuevo	Eliana Quiñones <i>Auxiliar de Laboratorio</i>	Karen Mendoza <i>Profesional de Calidad</i>	Juan Manuel Trujillo <i>Director CCA</i>