

INSTRUCTIVO PARA MANEJO INSTRUMENTO EXTRACTOR/RECUPERADOR DE DISOLVENTES PARA LA DETERMINACION DE GRASAS Y ACEITE

1. OBJETIVO

Manejo adecuado del instrumento Extractor recuperador de disolventes DET-GRAS P-SELECTA conforme instrucciones del fabricante.

2. ALCANCE

Este instrumento es aplicable para extracción -recuperación de disolventes para la determinación de grasa y aceite.

3. TERMINOS Y DEFINICIONES

BOILING: Ebullición

RINSING: Enjuague

4. REFERENCIA NORMATIVA

Manual del usuario Extractor recuperador del disolvente para la determinación de grasa y aceite DET-GRASA, P SELECTA

5. ACTIVIDAD

5.1 USO

5.1.1 Requisitos Generales Verificación de condiciones ambientales, conexiones de red y magnitudes físicas.

Reproducibilidad del resultado: +/- 1%.

Tiempo promedio de extracciones: 40 min.

Recuperación del disolvente: entre 60 y 70 %.

Reloj con avisador acústico de 0 - 60 minutos.

Tensión de alimentación 115-230V 50/60Hz

5.1.2 Verificaciones iniciales

- Comprobación de la circulación del agua refrigerante, abrir el grifo de agua de red, comprobar que fluye por los serpentines de refrigeración y sale por el desagüe.
- Comprobar la circulación de aceite: accionar el interruptor "HEATER" de la unidad de calefacción. Se ilumina el piloto verde y la bomba empieza a funcionar, impulsando el fluido térmico hacia el extractor.
- Comprobar que no se pierda aceite por las conexiones

INSTRUCTIVO PARA MANEJO INSTRUMENTO EXTRACTOR/RECUPERADOR DE DISOLVENTES PARA LA DETERMINACION DE GRASAS Y ACEITE

5.1.3 Operación: proceso Típico de extracción

- a) Precalentamiento del extractor: Unos 30 min antes de empezar la extracción poner en marcha la unidad de calefacción: Interruptor "HEATER" y regulador de temperatura a 125°C(éter etílico) y hexano (68°C).
- b) Preparación de la muestra: Filtrar un Litro de agua, con la ayuda de la pinza y un filtro cualitativo mojado en hexano limpiar el recipiente donde se ha filtrado. este debe quedar limpio de grasas.
- c) Introducir en el dedal (muselina+ filtro cualitativo con muestra + los filtro utilizados para limpiar el embudo buchner).
- d) Ubicar los dedales con su respectivo soporte para dedal y posteriormente ubicarlos en la gradilla soporte, llevarlos al horno a 103°C.
- e) Para trabajar con precisión durante la manipulación de los dedales es aconsejable no tocar tocarlos con los dedos ya que se puede dejar restos de grasa.
- f) Tarado de los vasos: Los vasos de aluminio deben estar completamente limpios de grasa y secos. es recomendable lavarlos con éter u otro disolvente desengrasante y volátil para asegurar que está seco. Una vez limpios numerar los vasos con un rotulador indeleble, pesar y colocarlos en la gradilla porta-vasos.
- g) Colocación de muestra al extractor: encajar la gradilla de tubos soporta-cartuchos en el perfil de la parte delantera de la unidad de extracción. En la unidad de extracción situar las palancas de cada columna en posición "RISING". Con el asa de transporte coger los tubos soporta-cartuchos e introducirlos en la unidad de extracción procurando que cada cartucho se adhiera al imán de cada columna.
- h) Colocador de vasos y Hexano al extractor: Comprobar que la válvula "evaporación" está en posición cerrada, en la unidad de extracción situar las palancas de cada columna en posición "BOILING". Añadir en cada vaso de aluminio 50mL de hexano, mediante la gradilla porta vasos introducirlos en cada columna, bajar la palanca y al mismo tiempo alinear los vasos para que queden encajados bajo la pieza de teflón blanca de cada columna. La unidad está preparada para la extracción. A partir de este momento el hexano empieza un ciclo: ebullición-evaporación-condensación sometiendo la muestra a la acción disolvente hexano, tanto en estado gaseoso como líquido y extrayendo la grasa de la muestra al vaso de aluminio. Para la Determinación de Grasas y Aceites por el método extracción Soxhlet SM 5520 D, se debe graduar la temperatura a 132°C lo cual garantiza la ejecución de 20 ciclos por hora y debe continuar por 4 horas.
- i) Fase Boiling: situar las palancas de cada columna extractora en la posición "BOILING", en esta posición la muestra está sumergida en el hexano en ebullición, esta fase acelera el proceso de extracción pero dependiendo de la naturaleza de la muestra un tiempo largo de "boiling" exige un tiempo largo de "rising". Un tiempo típico para esta fase es de 60 minutos ,este tiempo puede acortarse si después de varios ensayos con menos tiempo dan resultados iguales.
- j) Fase Rising: Situar las palancas de cada columna extractora de la posición "RISING", En esta posición la muestra está sometida a los vapores del hexano procedente de la condensación del

INSTRUCTIVO PARA MANEJO INSTRUMENTO EXTRACTOR/RECUPERADOR DE DISOLVENTES PARA LA DETERMINACION DE GRASAS Y ACEITE

refrigerante a reflujo de la parte superior de la columna. Esta fase suele ser más larga que la fase "BOILING" Un tiempo típico es 90 minutos, este tiempo puede acortarse si después de varios ensayos con menos tiempo dan resultados iguales.

- k) Fase de recuperación de hexano: Girar a posición horizontal la llave de teflón de cada columna, en la unidad de extracción situar las palancas de cada columna "BOILING", en esta fase el hexano que proviene de la condensación no vuelve al vaso de aluminio sino que es retenido en la parte superior de la camisa, un tiempo de 20 minutos es suficiente para recuperar el hexano, finalizada esta fase los vasos de aluminio contienen solo la grasa de la muestra.
- l) Fase evaporación de Hexano : girar a posición abierta la válvula "evaporación" .Accionar el interruptor "AIR" de la unidad calefactora , el objetivo de esta fase es eliminar restos de hexano que puedan quedar en los vasos de aluminio arrastrándolos hacia el exterior con la ayuda de una ligera corriente de aire, es importante garantizar la absoluta ausencia de hexano en el vaso de aluminio al final de la extracción ya que este será contabilizado como grasa, levantar la palanca lateral , extraer los vasos de aluminio y pesarlos . el incremento de peso es la grasa extraída de la muestra.

6. MANTENIMIENTO

Anualmente se realiza el mantenimiento general con un proveedor externo de acuerdo a lo establecido en el M-EDS-04.01.F.02 Programa de mantenimiento, verificación y calibración de equipos de laboratorio

6.1 LIMPIEZA DE LAS COLUMNAS DE EXTRACCIÓN

Después de usar el aparato, cuando se prevea la no utilización de este, se conveniente limpiar las columnas de extracción con hexano u otro disolvente orgánico que se utilice normalmente para realizar la extracción, se debe proceder tal y como se explica en la operación pero sin muestra únicamente con el disolvente, de esta manera los posibles restos que pudieran quedar en el extractor serán arrastrados por el disolvente.

6.2 CAMBIO DE FLUIDO TÉRMICO

Si se prevé la no utilización de aparato durante un cierto tiempo es aconsejables vaciar el depósito de aceite, se aconseja cambiar el fluido térmico del aparato aproximadamente una vez al año.

7. EMBALAJE

Antes de realizar embalaje de equipo se debe realizar verificación y limpieza. Utilizar caja resistente con tamaño suficiente que permita la introducir el equipo. Agregar material de protección para garantizar que el equipo no sufra en caso de caídas, golpes o movimientos bruscos, Anexar dentro de la caja copia de hoja con información (serial, modelo, accesorios, cantidad de equipos y especificación del equipo si este posee). Rotular caja con información (destino, remitente, teléfono, direcciones, información de posición para transportar y el texto FRAGIL). Registrar en Historial de mantenimiento, calibraciones y /o reparaciones (M.EDS-04.LA.IN.14.F.03).

INSTRUCTIVO PARA MANEJO INSTRUMENTO EXTRACTOR /RECUPERADOR DE DISOLVENTES PARA LA DETERMINACION DE GRASAS Y ACEITE

Adicionalmente diligenciar el A.GF-04.02.F.01 Formato Traslado y salida de Bienes Devolutivos, en el cual se relaciona el número de inventario, el motivo del retiro de las instalaciones de la Universidad (reparación, préstamo, garantía) y el destino del equipo.

8. FORMATOS PARA REGISTRO

M.EDS-04.LA.IN.14.F.03 Historial de mantenimiento, calibraciones y /o reparaciones

M-EDS-04.01.F.02 Programa de mantenimiento, verificación y calibración de equipos de laboratorio

A.GF-04.02.F.01 Formato Traslado y salida de Bienes Devolutivos

Elaboró: Luis Alfonso Salazar Guerrero – Químico Laboratorio Aguas	Revisó: Claudia Marcela Cardona Lindo – Contratista Dirección técnica laboratorio aguas Andrea Gómez Escudero – Profesional Acreditación de laboratorios	Aprobó: Luis Fernando Polanía Obando – Vicerrector de Extensión y desarrollo Social
Fecha: 2017/05/23	Fecha: 2017/05/25	Fecha: 2017/06/01