



USO DEL DESTILADOR VAPODEST

Código: ITR-LFERT-131
Emisor: DGT-DL-DLQ-LFERT
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 1 de 14

USO DEL DESTILADOR

MODIFICADO POR	VERIFICADO POR	APROBADO POR
Nombre y Apellido: Lic. Karen Benítez Lic. Alba Domínguez	Nombre y Apellido: Ing. Agr. Jadiyi Torales	Nombre y Apellido: Ing. Agr. Cesar Rivas
Cargo: Técnica del LFERT Jefa del DLQ	Cargo: Director de Laboratorios	Cargo: Director General Técnico
Firma:	Firma:	Firma:
Fecha: 24/03/2023	Fecha: 27/03/2023	Fecha: 03/04/2023



USO DEL DESTILADOR VAPODEST

Código: ITR-LFERT-131
Emisor: DGT-DL-DLQ-LFERT
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 2 de 14

1 OBJETIVO

Describir el modo de operación y verificación del Destilador Vapodest 200 y del Destilador Vapodest 500

2 ALCANCE

Se aplica a los destiladores de la marca Gerhardt modelo Vap 200 y Vap 500

3 SIGLAS Y DEFINICIONES

3.1 Siglas

- a) **ITR** : Instructivo de trabajo
- b) **DLQ** : Dirección de Laboratorios Químicos
- c) **LFERT**: Laboratorio de Fertilizantes
- d) **UMEL** : Unidad de Mantenimientos de Equipos de Laboratorio

3.2 Definiciones

- a) **Instructivo (ITR):** son los documentos que describen las actividades paso a paso que se realizan en una etapa de un proceso y son complementarias a los procedimientos.
- b) **Formularios (FOR):** son documentos con formato (físico o digital) preestablecido donde se registrarán los datos resultantes de una actividad.

4 RESPONSABLE

El Departamento de Laboratorio Químicos y la Unidad de Mantenimientos de Equipos de Laboratorio son los responsables del cumplimiento y aplicación del presente instructivo

5 ACTIVIDADES

5.1 Modo de uso del Vapodest 500

5.1.1 Lugar de enlazamiento dentro del laboratorio

- a) Debe haber suficiente espacio para instalar los recipientes de reserva
- b) Los recipientes de reserva para sustancias químicas no pueden estar a más altura que el aparato.
- c) El aparato debe reposar sobre una superficie de colocación horizontal con suficiente capacidad de carga.
- d) Se deben mantener los espacios libres como se muestran en Figura 1.

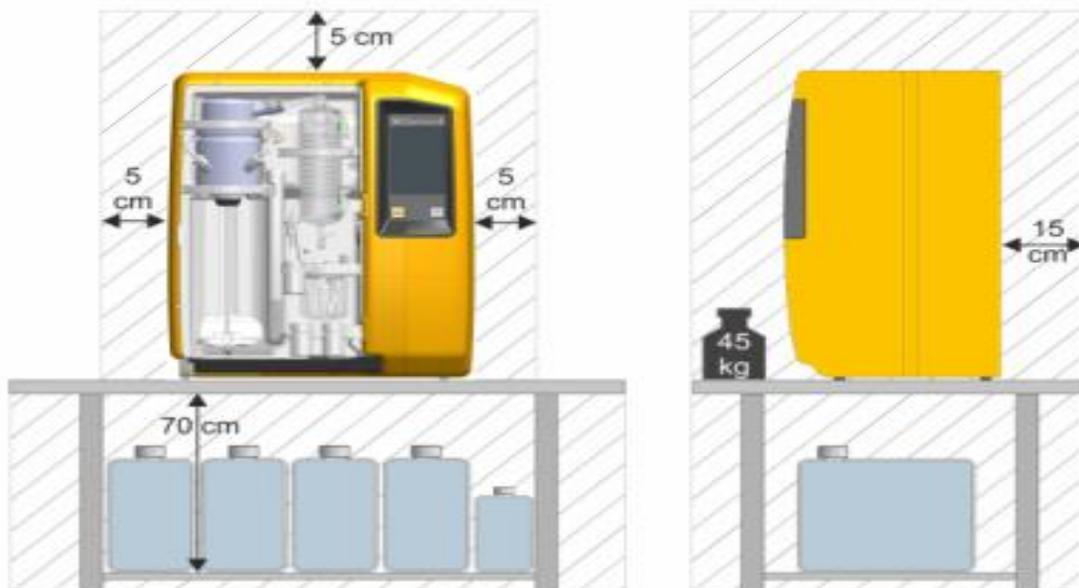


Figura1

5.1.2 Encendido del Sistema ver Figura2



Figura2

1. ➤ Abra completamente el grifo de entrada de agua de refrigeración.
2. ➤ Para conectar el aparato, pulse el interruptor de encendido/apagado situado en la parte frontal del aparato.
 Preste atención a que el disyuntor de sobrecorriente de la parte posterior del aparato esté en la posición «I» .
 ⇒ Pasados 30 s, en la pantalla aparece el menú principal «Análisis» .



El calentamiento dura aprox. 5 minutos. Durante este tiempo, no se puede efectuar ningún análisis. Todas las demás funciones están disponibles de inmediato.

5.1.3 Panel de Control Figura3

VAPODEST se controla a través de la pantalla táctil.



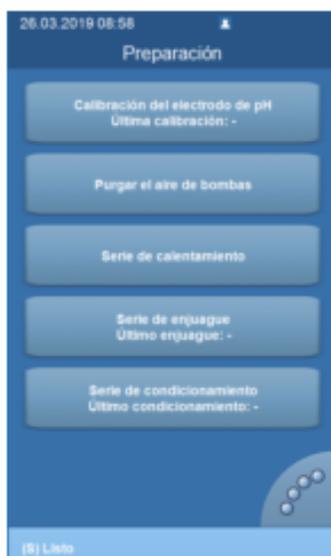
Fig. 8: Panel de control del VAPO-DEST 500

Pos.	Función y descripción
1	Barra de título <ul style="list-style-type: none"> ■ Indicador de la fecha y hora ajustadas. ■ Título del menú principal. ■ Indicador del usuario actual. ■ Hacer clic para cambiar de cuenta de usuario.
2	Barra de estado <ul style="list-style-type: none"> ■ Indicador de estado/paso de programa/mensajes de error actuales. ■ También puede utilizarse como botón de retroceso a la pantalla de análisis.
3	Botón de navegación Podrá activarlo haciendo clic suavemente sobre él. <ul style="list-style-type: none"> ■ Volver al nivel de menú anterior. ■ Volver a la pantalla inicial. ■ Exportar datos al lápiz USB. ■ Imprimir datos.
4	Botón de funcionamiento <ul style="list-style-type: none"> ■ Conexión del aparato <ul style="list-style-type: none"> – Pulsar brevemente el interruptor. ■ Desconexión del aparato <ul style="list-style-type: none"> – Pulsar 2 veces brevemente el interruptor (el software se para y el aparato se apaga). Antes de volver a encender el aparato, espere unos 5 s. <ul style="list-style-type: none"> ■ Desconexión inmediata del aparato <ul style="list-style-type: none"> – Mantener pulsado el interruptor unos 3 s (atención: peligro de pérdida de datos).
5	Puerto USB (detrás de la caperuza de protección)

Figura3

5.1.4 Calibración del Electrodo y purga de las bombas Figura 4

Así alcanzará resultados precisos



1. Vaya al menú principal «Análisis» .
2. Pulse el botón «Preparación» .
 ⇒ Se abre el cuadro de diálogo «Preparación» .

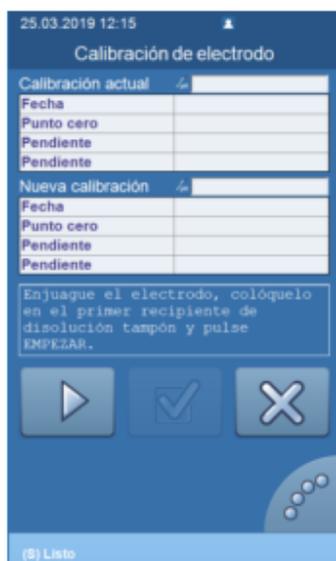
3. Ejecute los trabajos que desee.

Función	Descripción
Calibración del electrodo de pH	El electrodo de pH envejece de manera natural y por tanto se debe calibrar periódicamente, p. ej., si el tiempo de respuesta es demasiado lento. ☞ <i>Capítulo 6.2 «Calibración del electrodo de pH» en la página 56</i>
Purgar el aire de bombas	Una vez sustituidas las sustancias químicas o tras una nueva instalación, debe purgarse el aire de las bombas transportadoras para H ₂ O, NaOH y H ₃ BO ₃ , así como la bomba de micro dosificación para disolución valorante. ☞ <i>Capítulo 6.3 «Purga de aire/limpieza de las bombas» en la página 57</i>
Serie de calentamiento	Utilice esta función para poner el sistema a la temperatura de funcionamiento antes de calcular el primer valor del blanco. ☞ <i>Capítulo 6.4 «Calentamiento del sistema (Warmup)» en la página 59</i>
Serie de enjuague	Con esta función se limpia el sistema. Aquí se enjuagan y se elimina la suciedad acumulada en el sistema. ☞ <i>Capítulo 6.5 «Enjuague del sistema» en la página 59</i>
Serie de condicionamiento	Con esta función puede llevar a cabo una validación de métodos. En función de una serie de valores del blanco y de patrones definidos, el sistema se prepara de forma óptima para el análisis en serie. ☞ <i>Capítulo 6.6 «Condicionamiento del sistema (QA)» en la página 60</i>

Figura4

5.1.4.1 Antes de cada destilación se debe realizar la calibración del electrodo con buffer certificados de pH4 y pH7 como se detalla en la figura 5

Cómo calibrar el electrodo de pH



1. ➤ Pulse el botón «Calibración del electrodo de pH» en la ventana de menú «Preparación».
 - ⇒ Se abre el cuadro de diálogo «Calibración del electrodo de pH».
2. ➤ Introduzca en el campo «Nueva calibración» el nombre o el número de serie del electrodo de pH. Si ya se han efectuado calibraciones, esta se indicará en el campo «Calibración actual».
3. ➤ Aclare el electrodo con agua y, a continuación, séquelo con suavidad (sin frotar).
4. ➤ Inicie el proceso pulsando el botón «Empezar» ▶.
5. ➤ Siga las instrucciones de la pantalla.
 - ⇒ En cuanto se consigue una medición estable, se produce automáticamente el cambio a la segunda disolución tampón.
6. ➤ Pulse el botón «Aceptar» ✓ si acepta los datos averiguados.
 - ⇒ El electrodo de pH está calibrado.
7. ➤ Pulse el botón «Cancelar» ✕ si desea repetir el procedimiento sin guardar los valores.

Figura5

5.1.4.2 Es importante tener en cuenta estas indicaciones para la calibración del electrodo de pH

- a) Los electrodos de pH envejecen de manera natural y por tanto se deben calibrar periódicamente. Aunque la deriva del pH se compensa mediante la lectura automática del valor de pH al comienzo del análisis, es aconsejable comprobar (y en su caso cambiar) el electrodo cuando el tiempo de reacción del mismo es > 30 s.
- b) Se efectúa una calibración de dos puntos. La deriva del punto cero se averigua con una disolución tampón de pH 7 y la pendiente, con una disolución tampón de pH 4. Los valores averiguados se visualizan en [mV/pH] y en [%]. Los valores aceptados son un punto cero de 0 mV y una pendiente de 59,16 mV/pH (100 %). Como pendiente, se acepta un valor de entre 50 mV/pH y 70 mV/pH. El valor ideal para una disolución tampón de pH 4 es de 177,48 mV. Para una de pH 7, es de 0 mV. El margen de tolerancia es de +/- 30 mV.
- c) Si durante la calibración se rebasa uno de los márgenes de tolerancia, aparece el correspondiente mensaje de error y la calibración se debe repetir con una disolución tampón nueva o con un electrodo nuevo.
- d) ¡La temperatura ideal para las disoluciones tampón es de 20 °C!

5.1.4.3 Si se observan burbujas en las mangueras o se cambia algunas de las soluciones se deben purgar las bombas como se detalla en la figura 5

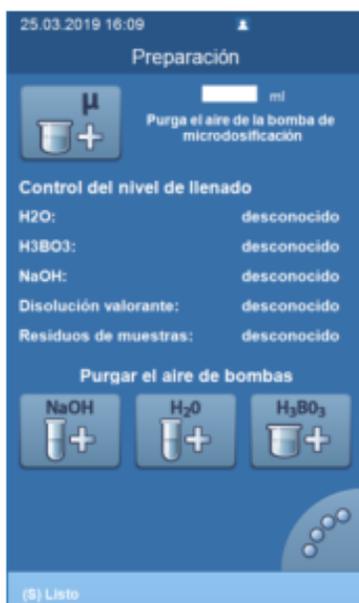


Figura 5

- Después de cambiar el líquido de valoración o las sustancias químicas
- Cuando hay aire en el tubo de admisión
- Cuando el aparato es puesto en servicio por vez primera
- Cuando el aparato no se ha utilizado en mucho tiempo

Puede purgarse el aire de las siguientes bombas:

- Bomba de micro dosificación
- Bomba NaOH
- Bomba H₂O
- Bomba H₃BO₃

5.1.5 Administración de métodos ver figura 6

En el menú principal Administración de métodos puede seleccionar un programa de una biblioteca de métodos preinstalada o definir un propio programa de métodos.

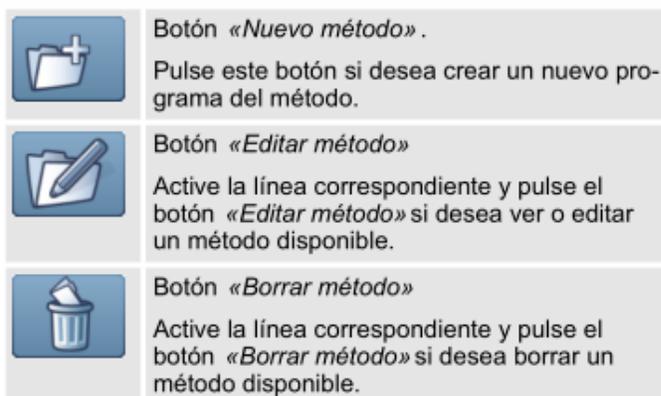
5.1.5.1 Vaya al menú principal «Administración de métodos».

5.1.5.2 Se abre el cuadro de diálogo «Administración de métodos»

5.1.5.3 Ahora, usted puede crear un método nuevo o puede borrar, editar y visualizar métodos ya existentes.



Figura 6



5.1.6 Crear un nuevo método

1. Pulse el botón «Nuevo método» .

⇒ Se abre el cuadro de diálogo «Procesamiento de método» .

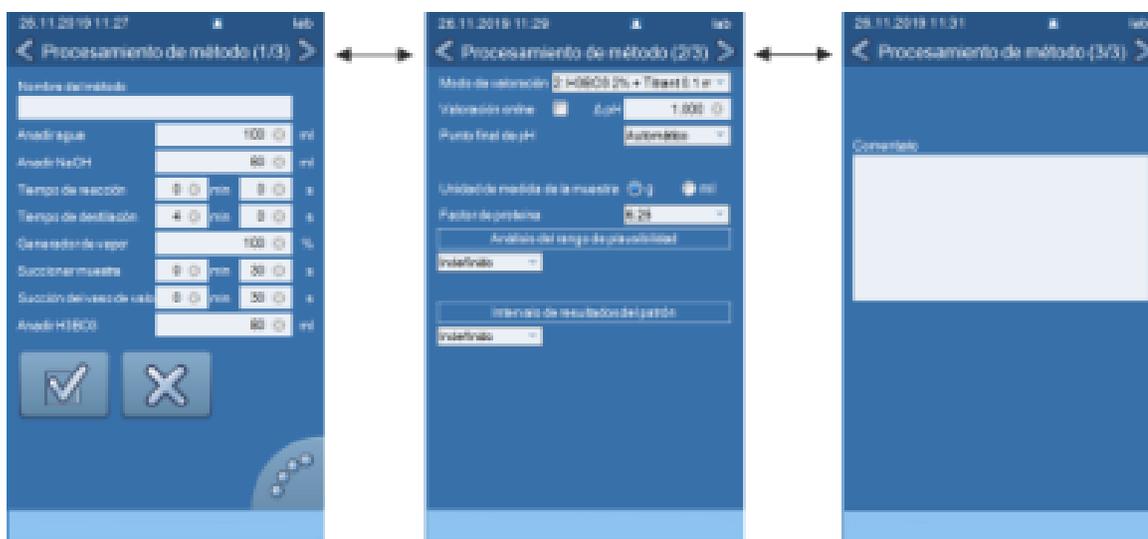


Fig. 14: Procesamiento de método, ventanas 1, 2 y 3

2. Utilice el botón de navegación a la derecha > o < para cambiar entre las ventanas de métodos.

Figura 7

5.1.7 Parámetros a tener en cuenta para crear un nuevo método

Parámetros de programa	Descripción
Nombre del método	Introduzca el nombre del método con el teclado mostrado (máx. 24 caracteres incl. espacios en blanco y caracteres especiales)
Añadir agua	Una dilución suficiente del ácido sulfúrico concentrado reduce la energía que se libera durante la alcalinización subsiguiente. La adición de H ₂ O depende de la cantidad de ácido sulfúrico libre (no combinado) que hay al final del tubo de digestión. Como norma general, se debe utilizar 5 veces más cantidad de agua que de ácido sulfúrico. Rango de ajuste: 000-999 ml
Añadir NaOH	Para poder destilar el amoníaco, es importante generar un entorno altamente alcalino. Cuando se utilicen catalizadores que contengan sulfato de cobre, se producirá una decoloración de la muestra si la muestra es alcalina. Si se utiliza el selenio como catalizador, se puede añadir a la muestra un indicador para tener un control

	visual. La adición de NaOH dependerá de la cantidad de ácido sulfúrico libre (no combinado) que haya al final del tubo de digestión. Como norma general, para la solución alcalina al 32 %, la cantidad debe ser cuatro veces más grande que la de ácido sulfúrico. Rango de ajuste: 000-999 ml.
Tiempo de reacción	El tiempo de reacción solo es necesario para determinar el nitrógeno nítrico cuando se utiliza la aleación Devarda (p. ej. en el análisis de fertilizantes). No puede utilizarse en el método Kjeldahl de análisis ni en otras destilaciones. Véase también Retardo de la reacción Æ Capítulo 5.5 «Ajustes de destilación» en la página 46 Rango de ajuste: 000-108 min y 00-59 s
Tiempo de destilación	A la máxima potencia de vapor, entre 3 min 30 s y 4min aprox. Rango de ajuste: 000-108 min y 00-59 s

5.1.8 Iniciar un análisis

A continuación se describe cómo se realiza el análisis de una muestra las muestras también se pueden analizar en serie.

5.1.8.1 Coloque el tubo de digestión de la siguiente manera:

- Apriete hacia abajo el dispositivo de sujeción rápida.
- Introduzca el tubo de introducción en el tubo de digestión.
- Compruebe que el tubo de digestión está firmemente unido al tapón de Vitón.

5.1.8.2 Cierre la puerta de protección y encienda el aparato.

5.1.9 Vaya al menú principal «Análisis» y pulse el botón «Introducción de datos de muestras» Figura 8

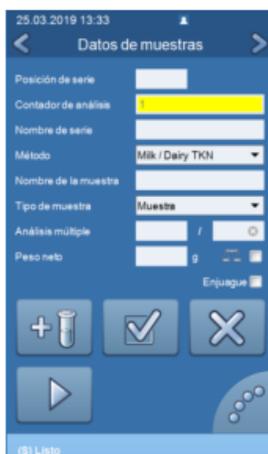


Fig. 18: Introducción de datos de muestras para análisis individual

Figura 8

5.1.10 Datos de muestras:

- a) Método
- b) Nombre de la muestra
- c) Tipo de muestra
- d) Análisis múltiple (opcional)
- e) Peso neto
- f) Enjuague (opcional)

5.1.11 Pulse el botón «Empezar » para iniciar el programa

5.1.12 Mientras se está efectuando la destilación, usted puede llevar a cabo las siguientes acciones figura 9

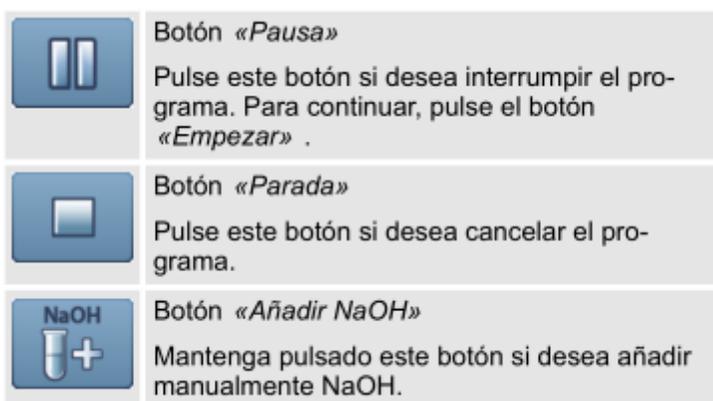


Figura9

5.1.13 Una vez finalizado el análisis aparece el mensaje correspondiente en la pantalla y se emite una señal acústica

- a) Los residuos de muestra y los vasos de valoración son aspirados de forma automática.

5.1.14 Confirme el mensaje

5.1.15 Si desea mantener la ejecución del programa y realizar otros análisis, coloque un nuevo tubo de digestión y pulse el botón «Empezar»

5.1.16 Apague el aparato si no desea realizar más análisis

5.2 Modo de uso del Vapodest 200

5.2.1 Encendido del Sistema

El modo de encendido se aplica antes de cada uso y se realiza como se detalla a continuación:

- 5.2.1.1 Encender el equipo con la perilla que se encuentra en la parte trasera del equipo "ON".
- 5.2.1.2 Pulsar la pantalla táctil y el equipo enciende.
- 5.2.1.3 Se sugiere encender 2 horas antes de su uso de tal forma a dar tiempo a que caliente el agua del sistema para generar vapor.

5.2.2 Gestión de los Métodos

5.2.2.1 En el menú principal de gestión de método, se puede elegir el programa del método de biblioteca preinstalada (Figura 1), posicionándose sobre el método y presionando el botón de Play, o también definir su propio programa de método. Vaya al menú principal 'Method', se abrirá la ventana de diálogo, como se observa en la figura 2. Ahora puede definir un nuevo método o eliminar, editar y ver los métodos existentes.

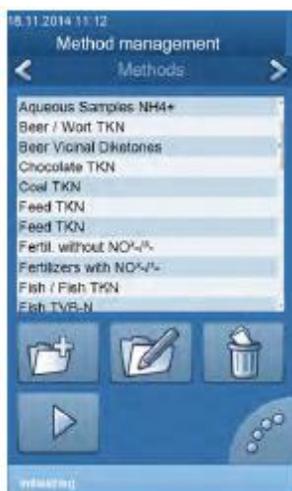


Figura 1

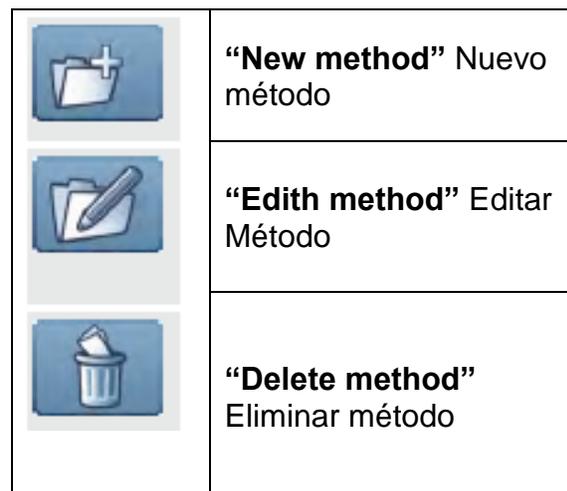


Figura 2

5.2.3 Crear un Nuevo Método

5.2.3.1 Presionar el ícono "New method", se abrirá una ventana de dialogo como se observa en la figura 3.



	USO DEL DESTILADOR VAPODEST	Código: ITR-LFERT-131 Emisor: DGT-DL-DLQ-LFERT Versión: 01 Vigente: 03/04/2023 Página: 12 de 14
---	------------------------------------	--

Figura 3

- 5.2.3.2 En “Method name” incluir el nombre de método a emplear.
- 5.2.3.3 Para “NaOH addition” Es importante para producir un nivel fuertemente alcalina que sea capaz de destilar el amoníaco. Cuando se usan catalizadores que contienen sulfato de cobre, la coloración de la muestra se produce si es alcalina. La adición de NaOH depende de la cantidad de ácido sulfúrico libre (sin ataduras) al final del tubo de digestión.
- 5.2.3.4 En este ítem se indica la cantidad mL de NaOH que utilizará, rango de ajuste va de 0 mL a 999 mL.
- 5.2.3.5 “Reaction time” emplea el tiempo de reacción que dejará en reposo todos los reactivos. Rango: 0-108 minutos y 00-59 segundos.
- 5.2.3.6 “Distillation time” El tiempo de destilación para los análisis estándar deberán ajustarse de forma Que aprox. 100 ml de destilado que se produce. A la máxima potencia de vapor, esto corresponde a aprox. 3 minutos, 30 segundos a 4 minutos como mínimo. Rango: 0-108 minutos y 00-59 segundos.
- 5.2.3.7 “Steam power” Funcionando a la potencia máxima se prefiere para análisis de Kjeldahl. La energía de vapor puede reducirse, por Ejemplo 80 - 90% para prevenir reacciones fuerte.
- 5.2.3.8 Atención, la potencia calorífica máxima no debería ser 80% Al utilizar microtubos (100 ml). Rango de ajuste: 10% - 100%.
- 5.2.3.9 Luego de agregar las condiciones se guarda el método.
- 5.2.3.10 Si se desea modificar alguna condición de la metodología, presionar el ícono “Edith method”, realizar la modificación y luego guardar.
- 5.2.3.11 Si desea eliminar algún método, posicionarse sobre el ícono “Delete method” y confirmar acción.
- 5.2.4 Ejecución del Método
- 5.2.4.1 Insertar el erlenmeyer con Ácido Bórico en la máquina para garantizar la destilación, sumergiendo la manguera por el cual desciende el destilado.
- 5.2.4.2 Colocar el tubo de digestión con la muestra de la siguiente manera:
- Pulse el dispositivo de sujeción rápida hacia abajo.
 - Fije el tubo en la entrada de goma de la unidad del equipo.
 - Verificar la correcta fijación del tubo antes de iniciar la destilación.
 - Cerrar la puerta del equipo

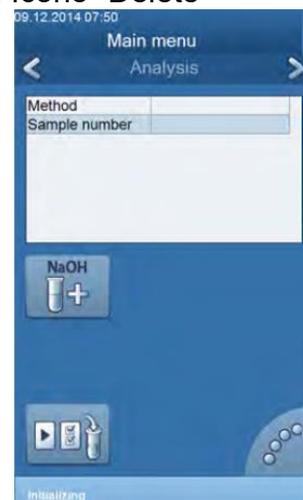


Figura 4



USO DEL DESTILADOR VAPODEST

Código: ITR-LFERT-131
Emisor: DGT-DL-DLQ-LFERT
Versión: 01
Vigente: 03/04/2023
Página: 13 de 14

5.2.4.3 Seleccionar el método a emplear y presionar el ícono “Play”.

5.2.4.4 En caso de ser necesario durante el proceso de destilación se requiera adicionar más cantidad de Hidróxido de Sodio antes de culminar el tiempo de destilación, presionar el ícono **NaOH +**, como se observa en la figura 4. El equipo adiciona un volumen igual de NaOH según el tiempo que mantenga presionado el ícono.

5.2.4.5 Concluida la destilación, utilizar los equipos de protección como guantes térmico para extraer el tubo de destilación.

5.2.5 Limpieza del Destilador

5.2.5.1 Concluida la destilación agregar agua destilada en el hasta la mitad de la capacidad del tubo kjeldhal y un erlemeyer vacío. Emplear el método “Limpieza”.

5.2.5.2 Posteriormente se realiza la limpieza superficial del equipo con agua, y una franela.

5.2.6 Apagado del Destilador

5.2.6.1 Una vez terminada la limpieza del equipo presionar el botón de apagado y apagar el equipo con la perilla que se encuentra en la parte posterior del equipo.

5.3 Verificación

5.3.1 El vapodes 200 no está sujeto a verificación, ya que no realiza una titulación automática

5.3.2 El vapodes 500 cuenta con un electrodo de pH que se verifica con buffer pH7 y pH4.

5.3 Calibración

5.3.1 Este equipo no está sujeto a calibración, ya que no es un equipo de precisión.

5.4 Mantenimiento

5.4.1 El responsable de la Unidad de Mantenimiento de Equipos, es el encargado de realizar el mantenimiento de este equipo. La frecuencia de mantenimiento es anual, esto se verifica en el FOR-DL-004 Plan de Mantenimiento

	USO DEL DESTILADOR VAPODEST	Código: ITR-LFERT-131 Emisor: DGT-DL-DLQ-LFERT Versión: 01 Vigente: 03/04/2023 Página: 14 de 14
---	------------------------------------	--

6 CONTROL DE CAMBIOS

Item	Página	Cambios
NA	1	Proviene de un Sistema de Gestión de Calidad de la Norma NP-ISO/IEC 17025:2018. La DL adopta el SGCI del SENAVE en cumplimiento de la Resolución SENAVE N° 42/2023 "Control de documentos", versión 04. Se realiza el cambio al SGCI del ITR-LFERT-131 ver: 02 Vigencia: 29/05/2020, pasa a la versión 01, teniendo en cuenta lo establecido en la Nota 02 del PRO-DSGC-001 "Control de documentos".

7 REGISTROS

Nombre del Documento	Código	Área de archivo	Responsable	Tiempo de retención por dependencia	Disposición Final
Plan de Mantenimiento	FOR-DL-004	<u>Sala de Archivos,</u>	<u>UMEL</u>	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>
Ficha de Equipos	FOR-DL-006	<u>Página web</u>	<u>UMEL</u>	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>
Protocolo de trabajo de ensayos de fertilizantes	FOR-LFERT-169	<u>enlace del Sistema de Gestión de Calidad</u>	<u>Jefe y Técnico</u>	<u>5 años</u>	<u>Eliminación</u>

8 Anexo

No Aplica