



DESTILADOR ENOLÓGICO

ALCOHOL DISTILLATION UNIT

DE-1626

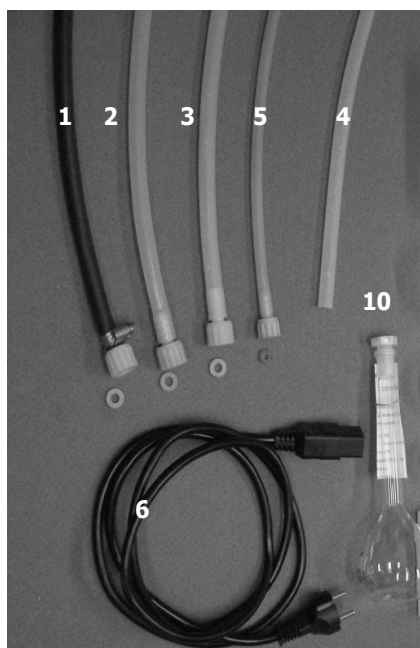
4001626

Indice

1 Lista de embalaje y accesorios.....	3
2 Seguridad	4
3 Introducción	5
4 Instalación.....	6
5 Funcionamiento.....	7
6 Destilación de muestras	9
7 Verificación del equipo (OQ)	10
8 Mantenimiento	11
9 Especificaciones técnicas	12
10 Servicio técnico	13
11 Grado alcohólico volumétrico.....	14
12 Determinación de la Acidez volátil	18
13 Determinación del Ácido Sórbico	19
14 Guía para la IQ y OQ.....	20
15 Garantía.....	20
16 Resolución de problemas	21

Index

1 Packing list and accessories.....	22
2 Safety	23
3 Overview	24
4 Installation	25
5 Operation.....	26
6 Sample distillation.....	28
7 Unit verification (OQ)	29
8 Maintenance.....	30
9 Technical specification	31
10 Technical service	32
11 Measuring alcohol degree	33
12 Volatile acidity determination	37
13 Determination of sorbic acid	38
14 Guidelines for IQ and OQ	39
15 Warranty	39
16 Troubleshooting table	40



1 Lista de embalaje y accesorios

1.1 Contenido estándar del paquete

- Equipo destilador
- Tubo 1.5m entrada de agua. Alta presión, conexión de 3/8". (1)
- Tubo 1.5m salida de agua. Silicona 8x14, conexión de 3/8". (2)
- Tubo 1.5m vapor sobrante. Silicona 8x14, conexión de 3/8". (3)
- Tubo 1.5m vaciado generador. Silicona 8x14. (4)
- Tubo 1.5m deposito agua. Silicona 8x14, conexión de 1/4". (5)
- Cable conexión red eléctrica (6)
- Tubo muestra MACRO Ø 42 4042300 (7)
- Tubo muestra MACRO Ø 52 1001422 (8)
- Tubo muestra MACRO Ø 80 1000646 (9)
- Matraz aforado de 200ml 1001636 (10)
- Bandeja (11)
- Bidón 2l para H₂O (12)
- Manual de instrucciones (12)

1.2 Accesorios

Tubos, gradillas y pinzas:

- Tubo muestra Ø 42 4042300
- Tubo muestra Ø 52 1001422
- Tubo muestra Ø 80 1000646
- Matraz aforado 200 ml 1001636

Alcoholímetros graduados:

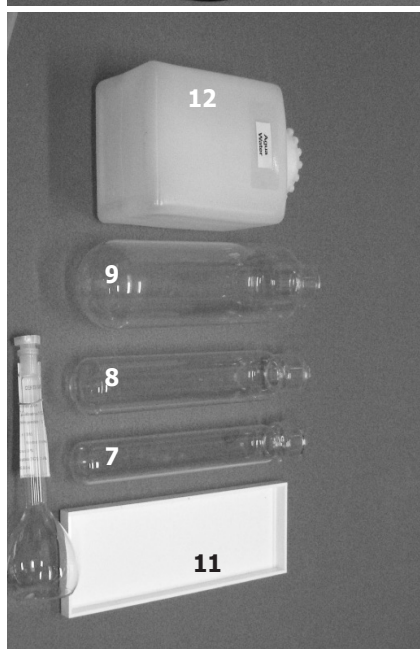
- 0 - 10 1001629
- 10 - 20 1001630
- 20 - 30 1001631
- 30 - 40 1001632
- 40 - 50 1001633
- 50 - 60 1001634
- 90 - 100 1001635
- Soporte inclinado para alcoholímetro 1000015

Gradillas:

- Gradilla para 6 tubos Ø42. 4000648
- Gradilla para 6 tubos Ø52. 4001473
- Gradilla para 6 tubos Ø80. 4001613

Material de seguridad:

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



2 Seguridad

El destilador enológico DE-1626 incluye las medidas de seguridad adecuadas para su utilización en un laboratorio. Sin embargo, su utilización conlleva unos riesgos que deben ser conocidos por el operador. En este manual se indican las situaciones de riesgo que deben respetarse.

2.1 Iconos de seguridad

Identifican las situaciones de riesgo y las medidas de seguridad que deben tomarse. Los iconos hacen referencia al párrafo marcado con la línea gris.

Riesgo de peligro

Riesgo de peligro.

Respetar las instrucciones indicadas para realizar la operación descrita.

Riesgo eléctrico

Riesgo de accidente eléctrico al acceder a las zonas indicadas con esta señal o al realizar las operaciones indicadas en este manual acompañadas de este icono. Respetar las instrucciones indicadas para realizar la operación descrita.

Riesgo de quemaduras por contacto con zonas a temperatura elevada

La temperatura en la zona indicada con este icono puede exceder los 60°C. Utilizar guantes antitérmicos para realizar la operación descrita. Respetar las instrucciones indicadas para realizar la operación descrita.

Información importante

- Información importante para obtener buenos resultados o para un funcionamiento óptimo del equipo.
- Información importante para alargar la vida del equipo o evitar la degradación de alguno de sus componentes.

2.2 Riesgos a los que está sometido el operador

La realización de los ensayos y determinaciones descritas en este manual exponen al operador a las siguientes situaciones de riesgo:

- Manipulación de piezas de vidrio.
- Posibilidad de tocar piezas a una temperatura superior a 60°C.
- Posible exposición a vapores ácidos irritantes.
- Riesgo eléctrico.

2.3 Cualificación del personal

Este equipo sólo puede ser utilizado por personal que ha sido cualificado adecuadamente para trabajar con seguridad en un laboratorio de análisis químico.

Este equipo sólo puede ser utilizado por personal que ha leído y comprendido estas instrucciones o ha sido cualificado adecuadamente en su funcionamiento.

2.4 Utilización del equipo

Este equipo está previsto para su utilización en laboratorios, para la destilación de muestras por arrastre de vapor. Y principalmente para la determinación del grado alcohólico, acidez volátil y Acido Sórico de muestras de bebidas alcohólicas.

La utilización del equipo de una manera que no sea la indicada en este manual, puede comprometer la protección asegurada por el equipo.

No puede utilizarse para destilar sustancias explosivas o inflamables ni para trabajar en atmósferas explosivas.

2.5 Modificaciones

La modificación del funcionamiento o manipulación de los sistemas de seguridad del equipo, no autorizados por el fabricante, puede exponer al operador a riesgos que no están previstos en este manual.



3 Introducción

El equipo DE-1626 es un destilador por arrastre de vapor para la obtención del destilado de bebidas alcohólicas. El equipo está validado de acuerdo al reglamento CEE nº 2676/90 (análisis de vinos) y CEE Nº 2870/2000 (análisis de bebidas espirituosas) para la determinación del grado alcohólico.

Proporciona una destilación por arrastre de vapor muy rápida y una eficiente extracción de los componentes volátiles (alcoholes y ácidos acético).

Dado que DE-1626 está, fundamentalmente, destinado a la determinación del grado alcohólico, esta se describe con precisión en el capítulo 11. En los capítulos 5 y 6 se expone el funcionamiento general del equipo y como obtener el destilado de una muestra.

El equipo se compone de los siguientes sistemas:

El generador de vapor

Genera vapor a partir del agua del deposito situado en el exterior del equipo. El generador de vapor incluye un **Termostato de seguridad** que interrumpe el suministro eléctrico al generador de vapor en caso de que la temperatura aumente excesivamente (por ejemplo, por falta de agua) y un **Presostato de seguridad** que interrumpe el suministro eléctrico al generador de vapor en caso de que la presión aumente excesivamente.

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

El circuito de destilación

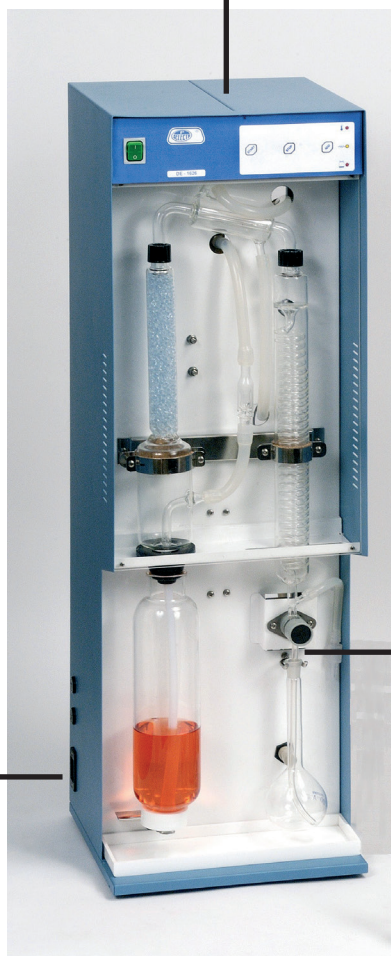
Está formado, principalmente, por dos piezas de vidrio:

- El rectificador: Su diseño especial proporciona una gran concentración de componentes volátiles en el destilado.
- El refrigerante en dos etapas: Condensa los vapores desprendidos de la muestra. Este vidrio está refrigerado por un circuito de agua que viene del exterior y que se abre y cierra automáticamente.

Sistema de paro automático y adición hasta el enrase

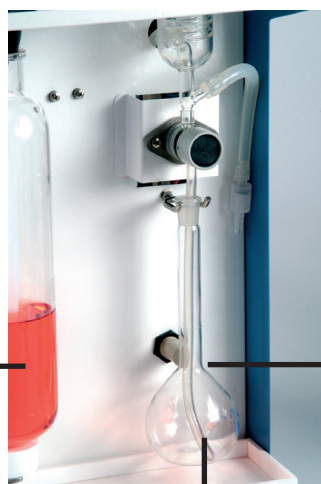
Formado por un detector del nivel de destilado, que detiene la destilación y una válvula que cierra el paso del destilado y permite enrasar el matraz colector.

Panel de mandos



Etiqueta de características, fusibles y base para la conexión a la red eléctrica.

Válvula de adición hasta el enrase



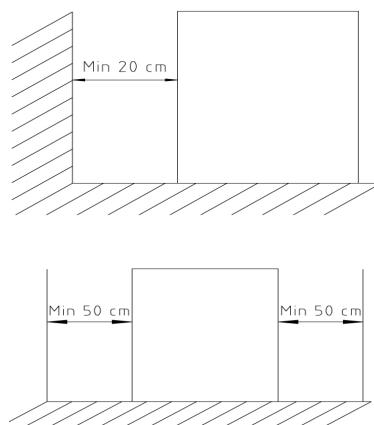
Detector del nivel de destilado para el paro automático

Matraz colector

Tubo de destilación

4 Instalación

Una vez desembalado el equipo, compruebe, visualmente, que está en buen estado. Conserve el embalaje durante unos días.



4.1 Emplazamiento

Situar el equipo en una superficie plana, nivelada, estable y adecuada al peso del equipo.

Ajustar las patas regulables para que el equipo quede ligeramente levantado por la parte delantera.

A una distancia inferior a 1.5m, debe disponer de una toma de agua, un desagüe y una toma de energía eléctrica.

Para trabajar con comodidad, dejar libre un espacio de 50cm en cada lado del equipo y un mínimo de 20cm en la parte de atrás.

4.2 Conexión a la red eléctrica

Escoger una toma de corriente cercana al equipo y adecuada a la potencia del equipo.



Utilizar el cable de conexión suministrado u otro de similares características.

Para su seguridad, la toma de corriente debe tener conexión a tierra.

Antes de enchufar, verificar que la tensión y frecuencia de la red eléctrica corresponde a la indicada en la etiqueta de características del equipo.

4.3 Conexiones a la red de agua y desagües

Conectar la manguera de entrada de agua (1) a un grifo y la salida del agua refrigerante (2) a un desagüe.

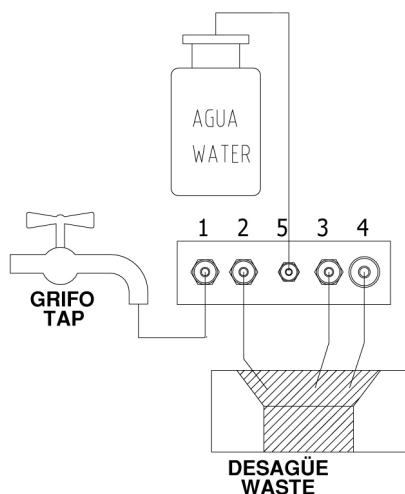
Las mangueras de «vapor sobrante» (3) y de «vaciado del generador de vapor» (4) deben ir al desagüe.

No olvidar poner las juntas en las conexiones de plástico.

Apretar con la mano. No utilizar ninguna herramienta.

La presión mínima de la red debe ser 1 bar.

El grifo puede dejarse siempre abierto, el DE-1626 dispone de una válvula que abre y cierra el paso de agua automáticamente.



Nota: Es importante para el correcto funcionamiento del equipo que el extremo libre de la manguera «Vapor sobrante» (3) NO esté sumergido en el agua, ni doblado de forma que pueda quedar obturado.

4.4 Agua para el generador de vapor

El equipo lleva incorporado un depósito con capacidad de unos 2 litros para almacenar el agua que utiliza el generador de vapor.

Dado que el sistema de control de nivel de agua del generador de vapor funciona por conductividad, debe utilizarse con una conductividad mínima de 20 microSiemens y sin exceso de cal, para alargar la vida del generador de vapor.

Puede obtenerse agua de estas características, directamente de un equipo de agua desmineralizada.

Para trabajar en condiciones óptimas utilizar agua destilada y añadir 5 mg/l de Cloruro Sódico.



5 Funcionamiento

El panel de control permite seleccionar las funciones del equipo e informa del estado actual de funcionamiento y de las alarmas.

Una vez enchufado a red, pulsando el interruptor principal, el equipo se pone en marcha (ON).

Nota: Si se pulsa el interruptor principal de forma consecutiva con un intervalo de menos de 3 segundos, puede ser que el equipo no se ponga en marcha correctamente.

Al poner en marcha el equipo por primera vez, la bomba de agua empieza a funcionar, de forma automática, para llenar el generador de vapor. Esta operación suele durar unos 40 segundos hasta detenerse también de forma automática. A los 20 seg. suena una alarma que debe pararse por si sola. (Si la alarma se dispara, el equipo queda bloqueado. Parar y poner en marcha de nuevo mediante el interruptor principal.)

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

ATENCIÓN

Utilice guantes antitérmicos.

El tubo de destilación está a una temperatura superior a 60°C una vez finalizada la destilación.



5.1 Colocar/ Extraer el tubo muestra

- Colocar el tubo muestra empezando por introducir el tubo de teflón .
- Seguidamente, bajar la palanca de fijación.
- Verificar el cierre superior y la fijación del tubo.

Proceder de forma similar para extraer el tubo muestra.



Verificar cierre correcto

Verificar fijación firme



5.2 Colocar el matraz colector

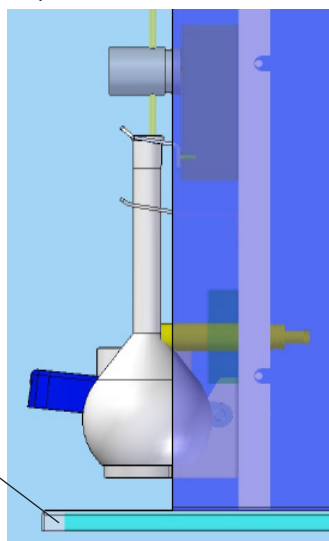
El matraz colector debe colocarse con precaución para garantizar que el sistema de paro automático funcione correctamente.

La pared del matraz debe estar tocando al detector de nivel.

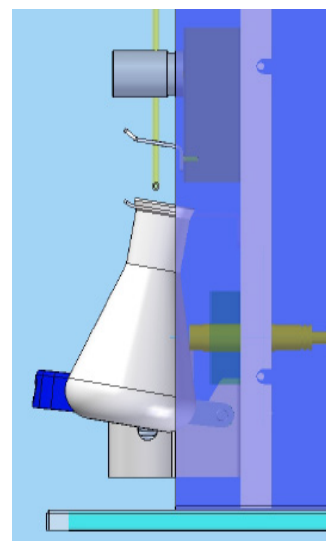
Nota:

Para asegurar el funcionamiento del paro automático:

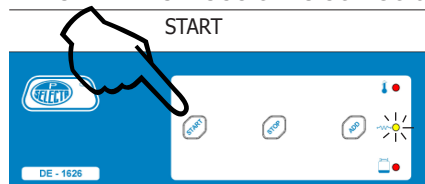
Ajustar las patas regulables para que el equipo quede ligeramente levantado por la parte delantera.



Colocación del matraz de 200ml



Colocación del Erlenmeyer



5.3 Destilar

Al pulsar la tecla «START» el equipo inicia la destilación de la muestra.

Esto provoca la apertura del circuito de refrigeración y que el generador de vapor inicie la producción de vapor.

Aproximadamente al cabo de unos 30s la muestra empieza a hervir y los vapores son dirigidos al refrigerante para su condensación. El destilado se recoge en el matraz aforado o Erlenmeyer.

Cuando el nivel de destilado recogido se acerque a la altura del detector de nivel la destilación se detiene automáticamente y se cierra la válvula de salida, para evitar que se sobrepase la marca de enrase del matraz aforado, aproximadamente se recogen unos 180ml.

Pulsar la tecla «STOP» si se desea detener la destilación de la muestra de forma forzada.

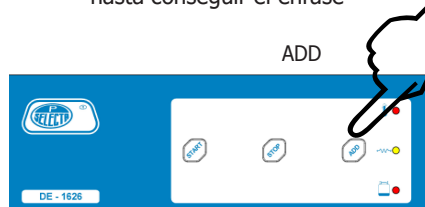
5.4 Enrase

El detector de nivel de destilado detendrá la destilación, aproximadamente a unos 180 ml.

Retirar parcialmente, el matraz para poder añadir destilado hasta cerca del enrase a 200ml. El enrase exacto debe realizarse a 20°C.



Posición del matraz para añadir destilado hasta conseguir el enrase



Al pulsar la tecla «ADD» se abre la válvula de enrase que deja pasar unas gotas de destilado. Pulsar varias veces.

Esta operación también puede realizarse con el Erlenmeyer.

5.5 Alarmas e indicadores de estado

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

(1) Alarma falta de agua en el generador de vapor

- El piloto se ilumina esporádicamente: indica que el control de nivel detecta un nivel bajo de agua y automáticamente pone en marcha la bomba.
- El piloto se ilumina permanentemente: indica que el control de nivel detecta un nivel bajo de agua y no se llena de agua. Automáticamente el circuito de control interrumpe la destilación. Probablemente el depósito de agua está vacío, o hay algún problema en la bomba de alimentación de agua. La alarma bloquea el funcionamiento. Parar y reiniciar el DE-1626.

(2) Indicador de estado del destilador

Este piloto amarillo indica que el circuito de destilación está activado.

(3) Alarma de exceso de temperatura

Este piloto rojo permanece iluminado cuando un exceso de temperatura en el generador de vapor ha disparado el termostato de seguridad.

Bloquea la función de destilación.

Una vez disparado, se debe dejar enfriar, solucionar la causa que lo ha provocado y rearmar el termostato pulsando el botón central. El termostato de seguridad se encuentra en el cuadro eléctrico. Para acceder a él debe desmontar la tapa derecha del equipo.

El disparo del termostato de seguridad es provocado por la falta de agua en el generador de vapor, probablemente por ausencia de agua en el depósito o por un mal funcionamiento de la bomba de agua.

6 Destilación de muestras

Para obtener el destilado con el máximo contenido de alcohol o sustancias volátiles y obtener un buen comportamiento del equipo conviene seguir la siguiente rutina de trabajo.

Una vez obtenido el destilado medir el %Vol o la acidez volátil. Ver Capítulos 11 y 12.

6.1 Revisar el nivel del depósito de agua

Rellenarlo con agua desmineralizada o destilada y añadir 5 mg/l de Cloruro Sódico para conseguir una conductividad mínima de unos 20 microSiemens/cm



6.2 Precalentamiento del equipo

Para asegurar que el equipo proporcione su máxima eficiencia en la destilación, conviene que antes iniciar una sesión de análisis esté a su temperatura de régimen. Para ello insertar un tubo muestra con unos 25ml de agua limpia y recoger el destilado durante 5 minutos.

Conviene realizar también este precalentamiento si el equipo está 2 o 3 horas sin destilar.

6.3 Escoger el tubo adecuado para la destilación

La elección del tubo es importante para evitar la contaminación del rectificador y para obtener una óptima transferencia de energía al destilado.



Seguir la siguiente pauta para la elección del tubo de muestra:

- Tubo Ø42 para muestras de acidez volátil.
- Tubo Ø52 para muestras de acidez volátil.
- Tubo Ø52 para muestras de 100ml para el grado alcohólico.
- **Tubo Ø80 para muestras de 200ml para el grado alcohólico.**

Frascos para la recogida del destilado.

- Matraz aforado a 200ml para recoger el destilado en el grado alcohólico.
- Erlenmeyer para recoger el destilado en la acidez volátil

6.4 Destilación

Realizar los siguientes pasos: (en el orden que se indica - Ver capítulo 11)



- Verificar que el serpentín del vidrio refrigerante está completamente vacío de restos de destilaciones anteriores. Si es necesario vaciarlo en un frasco aparte, pulsando «ADD».
- Añadir unos 10ml de agua destilada en el matraz colector para evitar la pérdida por evaporación de las primeras gotas de alcohol destiladas.
- Fijar el matraz o Erlenmeyer colector en el colgador. La pared del matraz debe apoyarse en la cara frontal del detector de nivel de destilado. Procurar que el extremo de salida del tubo del refrigerante esté sumergido en los 10ml de agua destilada.
- Colocar la muestra en el tubo muestra e insertarlo en el destilador.
- Pulsar «START».
- Cuando se haya obtenido un nivel de destilado cercano al sensor de nivel el equipo detiene la destilación.
- Extraer primero el tubo muestra.
- Añadir destilado pulsando «ADD» hasta enrasar el matraz colector.

7 Verificación del equipo (OQ)

Una vez instalado y conocido su funcionamiento, es necesario verificarlo.

7.1 Verificación funcional

Realizar esta verificación en el momento de la instalación y diariamente para precalentar el equipo.

Seguir las instrucciones del capítulo 5 para destilar durante unos 5 minutos.

Cuando el equipo está a régimen de temperatura destila a razón de unos 30 - 40 ml por minuto.

7.2 Verificación de la pérdida de etanol

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

Antes de analizar muestras valiosas, realizar algunas practicas con soluciones hidroalcohólicas para familiarizarse con el equipo.

Se trata de preparar una mezcla al 10% de agua destilada y etanol.

Obtener el destilado (ver capítulo 6) 5 veces consecutivas y medir el grado alcohólico del destilado obtenido. El destilado debe presentar un grado alcohólico del 9.9 % vol, como mínimo, es decir, no debe producirse una pérdida de alcohol superior al 0.02% vol en cada destilación.

Después de la destilación comparar la muestra original con la destilada.

Nota:

Para obtener estos resultados debe trabajar con gran precisión:

- Mantener parte de la solución hidroalcohólica inicial para compararla con el destilado obtenido.
- Mantener tapadas las soluciones hidroalcohólicas.
- Utilizar sólo material volumétrico certificado.
- Trabajar a una temperatura ambiente de $20 \pm 3^\circ\text{C}$.
- Todo el material volumétrico (matraces, alcoholímetro,...) y las soluciones hidroalcohólicas deben atemperarse a $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$ durante unas 6h antes de realizar las medidas de %Vol.

Ver el capítulo 11 para medir el %Vol con precisión.



8 Mantenimiento

El destilador DE-1626 necesita un mantenimiento mínimo. Realizar inspecciones visuales en el interior para localizar posibles pérdidas de líquido o vapor en juntas, conexiones de tubos, mangueras, etc.

Para evitar la corrosión del equipo, secar cualquier derrame accidental en las partes metálicas de equipo y mantener una limpieza adecuada.

8.1 Limpieza del equipo

8.1.1 Limpieza del circuito de destilación

Después de cada sesión de análisis, destilar unos 50ml de agua destilada durante unos 5 minutos para eliminar los restos del circuito de destilación.

8.1.2 Limpieza de la cámara

La cámara y la bandeja recogedora de gotas están protegidas con un revestimiento resistente pero deben limpiarse diariamente con un paño húmedo para evitar su deterioro.

8.2 Inspección de las mangueras (semanal)

Conviene inspeccionar visualmente el estado de las mangueras y sus conexiones a los distintos componentes. Para evitar el deterioro del equipo por fugas de líquidos, sustituir lo antes posible cualquier manguera en la que se observe algún deterioro o fuga.

Tomar las siguientes precauciones para la sustitución de alguna manguera:

- Desenchufar el equipo de la red eléctrica.
- Procurar en la medida de lo posible (ver 8.3) que la manguera que se va a extraer esté vacía.
- Utilizar sólo mangueras de los materiales indicados en el punto 11.2.
- Utilizar abrazaderas como el montaje original.
- Una vez cambiada, verificar que no pierde.

8.3 Preparación para el transporte o almacenamiento

Una vez el destilador ha sido utilizado, deben tomarse estas precauciones para su transporte o almacenamiento. Inicialmente limpiar el equipo siguiendo las instrucciones anteriores.

8.3.1 Extraer completamente el agua del equipo

- **Vaciado del generador de vapor:**

- 1.- Abrir el grifo de «Vaciado del generador de vapor».
- 2.- Poner el equipo en marcha, pulsar «START» y esperar a que la bomba vacíe toda el agua del depósito.

- **Vaciado del circuito refrigerante:**

- 1.- Desconectar la manguera de **entrada** de agua refrigerante, del grifo.
- 2.- Poner el equipo en «ON» y pulsar «START».

Nota: A partir de este momento, actuar con rapidez para evitar el calentamiento excesivo del generador de vapor.

- 3.- Soplar por el tubo de **salida** de agua refrigerante. El agua **saldrá** por el tubo de **entrada** de agua refrigerante.



ATENCIÓN

No transporte el equipo sin haber extraído el agua primero.

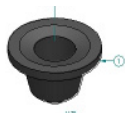
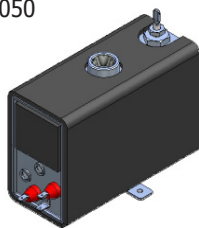
Durante el transporte, las fugas de agua pueden caer sobre componentes vitales del equipo y causarles daños.

Durante el transporte, se puede producir el vertido de agua al exterior del embalaje.

9 Especificaciones técnicas

Voltaje de red:	230V 50/60Hz (Ver etiqueta de características) Otros Voltajes de red están disponibles (Consultar)
Potencia eléctrica total:	2450W (Ver etiqueta de características)
Potencia de generador de vapor:	2400W.
Intensidad máxima:	11 A
Fusibles:	15 A rápido. dimensiones: 20x5 mm
Cable de conexión a red:	Fase, Neutro, Tierra (sección 1mm ²)
Peso (Neto):	35 Kg
Medidas: Fondo x Ancho x Alto	300 x 300 x 900 mm
Volumen depósito agua:	2 litros
Consumo de agua del generador de vapor:	entre 1 y 1.25 ml por ml de destilado obtenido.
Caudal de agua de refrigeración:	80-100l/h
Perdida de etanol:	< 0.02 %vol por destilación.
Velocidad de destilación:	aprox. 40/minuto.
Duración de un análisis corto:	6 minutos. aprox 200ml.
Duración de un análisis largo:	7 minutos, aprox 250ml
Racord entrada agua refrigerante:	3/4"
Racord salida agua refrigerante:	3/4"
Racord salida vapor sobrante:	3/4"
Nivel Sonoro:	Inferior a 60 dBA
Condiciones ambientales:	Uso en interiores. Altitud hasta 2000m Temperatura entre 5°C y 40°C. Humedad relativa máxima 80% para temperaturas hasta 31°C, disminuyendo linealmente hasta el 50% de humedad relativa a 40°C
Nivel de sobretensión:	Categoría II
Grado de contaminación:	2
Presión máxima del calderín:	4 bar
Corte del presostato:	0.1 bar
Material de vidrio:	Borosilicato 3.3
Material Chasis:	Acero con recubrimiento
Material Cámara:	Aluminio con recubrimiento RILSAN resis- tente a los agentes químicos.
Material Generador vapor:	Acero Inoxidable.
Material tuberías:	Silicona, Elastómero sintético fluorado.

32050



28129

10 Servicio técnico

Para la reparación o sustitución de piezas deterioradas, póngase en contacto con J.P. SELECTA, s.a.u. o con su distribuidor. Ellos le informarán de los servicios técnicos autorizados de su zona.

A continuación se ofrece una lista de recambios para facilitar su adquisición e identificación.

10.1 Piezas de recambio

- 16087** Electroválvula N. A.
- 16067** Electroválvula de entrada de agua.
- 16025** Electroválvula de PINZA
- 24278** Bomba Agua.
- 28129** Goma de cierre.
- 28061** Bandeja recolectora de gotas.
- 32050** Generador de vapor 2400W.
- 47043** Refrigerante DE-1626
- 47044** Rectificador DE-1626.
- 47045** Tubo de unión DE-1626.
- 47259** Válvula antiretorno.
- 29520** Placa electrónica de relés.
- 29511** Placa electrónica del panel de mandos.

Mangueras:

- | | | |
|--------------|----------------------------------|------------------------------|
| 46030 | TUBO TEFLON 8X10MM | Tubo sumergido en la muestra |
| 46041 | Tubo silicona 8x14 | Para agua y vapor. |
| 46042 | Tubo silicona 6x10 | Para agua y vapor. |
| 46143 | MANGUERA ENTRADA AGUA 3/4 | Conexión a la red de agua |
| 28264 | Tubo TYGON LFL | Salida del destilado |

Ajuste de sensibilidad



10.1.1 Ajuste de la sensibilidad

Es posible que con el tiempo el sensor de nivel de destilado varíe su sensibilidad y no detecte el nivel de destilado o actúe sólo con la presencia del matraz o del Erlenmeyer.

Ajustar la sensibilidad con un destornillador pequeño (ver imagen).

Situar un matraz lleno de agua en el colector y ajustar la sensibilidad hasta que el LED amarillo se ilumine.



ATENCIÓN

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

11 Grado alcohólico volumétrico

11.1 Alcohólímetro (aerometría)

El grado alcohólico volumétrico se define como el nº de litros de etanol y sus homólogos (metanol, alcoholes superiores, etc...) contenidos en 100 litros de vino (o bebida alcohólica en general), medidos ambos volúmenes a la temperatura de 20°C.

El principio de la determinación es sencillo: La muestra se alcaliniza, se destila y se mide el % de alcohol mediante unos aerómetros graduados de forma especial para este uso que reciben el nombre de alcohólímetros.

Existen otros métodos para medir en contenido de alcohol en el destilado (balanza hidrostática, refractómetro,...) pero el alcohólímetro es el que da más precisión y repetibilidad.

Para obtener resultados de precisión se debe trabajar con un método que tenga en cuenta todos los aspectos que puedan influir en la volumetría.

Se expone aquí un método completo que puede simplificarse según las necesidades de cada laboratorio.

11.1.1 Material

- Probeta de 250 ml (30cm de alto como mínimo)
- Alcohólímetro de diferentes escalas (ver «Accesorios» en Capítulo 1)
- Termómetro 0-35°C resolución 0.5°C
- Matraz aforado de 200ml (Certificado) con tapón.
- Baño o estufa capaz de trabajar a 20°C.

11.1.2 Reactivos

- | | | |
|----------------------------------|---------|--------|
| • Calcio Hidróxido 2 mol/l: | PANREAC | 625409 |
| • Silicona líquida antiespumante | PANREAC | 211628 |
| • Agua destilada. | | |

11.1.3 Obtención del destilado

Para no afectar a la volumetría, se sugiere que la temperatura ambiente del laboratorio sea de 20±3°C.

Preparación del material

Almacenar el material a 20°C (Matraz, alcohólímetros, probeta, vino, etc..)

Eliminación del dióxido de carbono

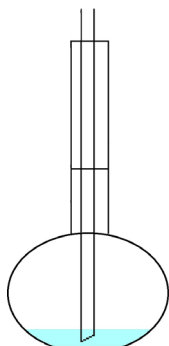
En el caso de vinos jóvenes o espumosos, eliminar el CO₂ por agitación o con un baño de ultrasonidos.

Destilación

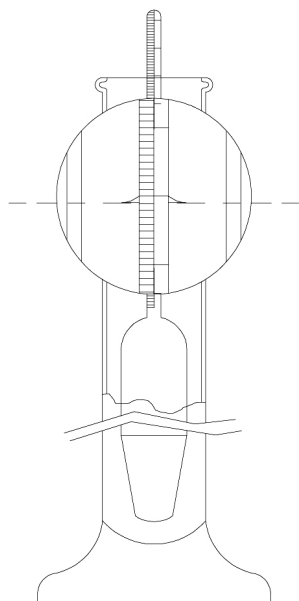
- Llenar hasta la marca de enrase el matraz de 200ml con el vino. Eliminar burbujas.
- Depositarlo en el tubo de destilación de Ø80.
- Para recoger completamente todo el vino muestra, lavar con unos 10ml de agua destilada el matraz, agitar y añadirlo al tubo de destilación. Repetir esta operación 2 ó 3 veces.
- Añadir unos 10ml de la solución de Calcio Hidróxido.
- Añadir unas gotas de silicona líquida antiespumante.
- Usar el mismo matraz aforado usado para medir el vino para recoger el destilado.
- Añadir unos 10ml de agua destilada al matraz y colocarlo en el destilador. Verificar que la salida del tubo queda sumergida en el agua.
- Iniciar la destilación.

Enrase:

- Una vez finalizada la destilación, añadir gotas de destilado (ver 5.4) hasta acercarse (sin llegar) a la marca del enrase.
- Tapar el matraz y dejarlo en el baño o estufa a 20°C durante un mínimo de 3 h.
- Añadir agua destilada a 20°C hasta enrasar el matraz.



Verificar que la salida del tubo queda sumergida en el agua.



Lectura del alcoholímetro

11.1.4 Lectura del grado alcohólico con el alcoholímetro

Medida con el alcoholímetro

Es imprescindible que antes de realizar esta operación todo el material utilizado (matraz, alcoholímetros, probeta) haya estado almacenado a $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$.

- Verter el destilado en la probeta de 250ml.
- Introducir el alcoholímetro (con una ligera rotación).
- Esperar un minuto. Leer el %Vol por la parte inferior del mecanisco.
- Repetir la lectura del %Vol, como mínimo 3 veces y realizar la media. Expresar el resultado con sólo 2 decimales. Redondear la segunda cifra decimal a 0 ó 5.

Notas:

- Si es necesario, utilizar una lupa para leer mejor el alcoholímetro.
- Para garantizar que el líquido no cambia de temperatura durante la medida del %Vol, la T° ambiente debe estar dentro de $20 \pm 3^\circ\text{C}$.
- Si el material no se ha almacenado a 20°C , medir la temperatura durante 1 minuto del destilado antes de introducir el alcoholímetro. La temperatura medida se redondea (por ejemplo: 20.4°C se redondea a 20°C ; 20.6°C se redondea a 21°C) y corregir la lectura del %Vol según la tabla 1.

(Esto da un resultado de menos exactitud)

	Grado alcohólico volumétrico, % vol.												
	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
14°C	+0.85	+0.91	+0.97	+1.04	+1.12	+1.20	+1.29	+1.39	+1.49	+1.58	+1.68	+1.78	+1.88
15°C	+0.73	+0.77	+0.83	+1.89	+0.95	+1.02	+1.09	+1.16	+1.24	+1.32	+1.40	+1.48	+1.56
16°C	+0.60	+0.63	+0.67	+0.72	+0.77	+0.82	+0.88	+0.94	+1.00	+1.06	+1.12	+1.19	+1.25
17°C	+0.46	+0.48	+0.51	+0.55	+0.59	+0.62	+0.67	+0.71	+0.75	+0.80	+0.84	+0.89	+0.94
18°C	+0.31	+0.33	+0.35	+0.37	+0.40	+0.42	+0.45	+0.48	+0.51	+0.53	+0.56	+0.59	+0.62
19°C	+0.16	+0.17	+0.18	+0.19	+0.20	+0.21	+0.23	+0.24	+0.25	+0.27	+0.28	+0.30	+0.31
20°C	+0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
21°C	-0.17	-0.18	-0.19	-0.19	-0.20	-0.22	-0.23	-0.25	-0.26	-0.28	-0.29	-0.30	-0.31
22°C	-0.34	-0.36	-0.37	-0.39	-0.41	-0.44	-0.47	-0.49	-0.52	-0.55	-0.57	-0.60	-0.62
23°C	-0.51	-0.54	-0.57	-0.60	-0.63	-0.66	-0.70	-0.74	-0.78	-0.82	-0.86	-0.90	-0.93
24°C	-0.70	-0.73	-0.77	-0.81	-0.85	-0.89	-0.94	-0.99	-1.04	-1.10	-1.15	-1.20	-1.25
25°C	-0.89	-0.93	-0.97	-1.02	-1.07	-1.13	-1.19	-1.25	-1.31	-1.37	-1.43	-1.49	-1.56
26°C	-1.08	-1.13	-1.18	-1.24	-1.30	-1.36	-1.43	-1.50	-1.57	-1.65	-1.73	-1.80	-1.87

Tabla 1.: Corrección del grado alcohólico según la temperatura.



11.2 Balanza + Inmersor colgante

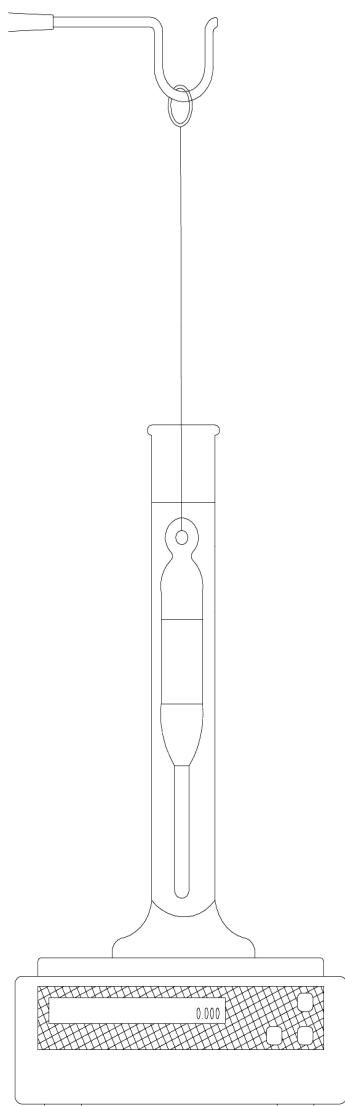
11.2.1 Material

- Probeta de 100 ml
- Inmersor con su tabla de conversión
- Termómetro 0-35°C resolución mínima 0.5°C
- Balanza electrónica

11.2.2 Procedimiento

Antes de empezar, comprobar que la Tª ambiente está estable dentro de $20 \pm 3^\circ\text{C}$ y el líquido destilado dentro de $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$.

- Verter el destilado en el matraz de 100ml.
- Introducir el termómetro
- Esperar 1 minuto y leer la temperatura.
- Retirar el termómetro. Introducir el Inmersor. Este debe sumergirse completamente.
- Esperar un minuto. Tomar una lectura en la balanza y calcular el %Vol a partir de la tabla entregada junto con el inmersor.
- Repetir la lectura del %Vol, como mínimo 3 veces y realizar la media. Expresar el resultado con sólo 2 decimales. Redondear la segunda cifra decimal a 0 ó 5.
- Si la temperatura medida redondeada no es 20°C (por ejemplo: 20.4°C se redondea a 20°C; 20.6°C se redondea a 21°C) la lectura del %Vol debe corregirse según la tabla 1.



11.3 Refractómetro de ABBE

11.3.1 Material

- Refractómetro de Abbe para medir el índice de refracción entre 1.330 y 1.346.

11.3.2 Procedimiento

Existen 2 tipos de Refractómetro:

- No miden temperatura
- Miden temperatura

En el primer caso, antes de realizar la medida, el Refractómetro y el líquido destilado deben atemperarse a $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$ durante unas 4 horas. Para luego realizar la medida con una temperatura ambiente de $20 \pm 3^\circ\text{C}$.

En el segundo caso, el Refractómetro además de medir la temperatura tiene un dispositivo para atemperar la muestra y la zona de lectura. En este caso, antes de leer el índice de refracción, comprobar que la temperatura está dentro del intervalo $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$.

Seguir las instrucciones del Refractómetro para la lectura del índice de refracción.

Mediante la tabla 2, hallar la correspondencia entre el índice de refracción medido y el GAV.

Recuerde comprobar la calibración del Refractómetro.

La presencia de metanol en los destilados de vino provoca una disminución en el índice de refracción respecto a una solución hidroalcohólica pura (etanol - agua). Las soluciones hidroalcohólicas se utilizan como patrones de calibración.

Tabla 2. Correspondencia entre el índice de refracción a 20°C y el GAV

Índice de refracción a 20°C	Grados alcohólicos a 20°C		Índice de refracción a 20°C	Grados alcohólicos a 20°C	
	Mezclas hidroalcohólicas	Destilados		Mezclas hidroalcohólicas	Destilados
1,33628	6,54	6,48	1,34222	16,76	16,65
1,33642	6,79	6,74	1,34236	16,99	16,88
1,33656	7,05	7	1,3425	17,22	17,12
1,3367	7,3	7,27	1,34264	17,44	17,34
1,33685	7,58	7,54	1,34278	17,68	17,56
1,33699	7,83	7,79	1,34291	17,89	17,78
1,33713	8,09	8,05	1,34305	18,12	18,01
1,33727	8,34	8,3	1,34319	18,36	18,23
1,33742	8,62	8,56	1,34333	18,59	18,46
1,33756	8,87	8,81	1,34347	18,82	18,7
1,3377	9,12	9,06	1,34361	19,05	18,92
1,33784	9,36	9,3	1,34375	19,28	19,17
1,33799	9,63	9,55	1,34389	19,51	19,4
1,33813	9,87	9,81	1,34403	19,75	19,62
1,33827	10,12	10,05	1,34417	19,98	19,86
1,33841	10,35	10,29	1,34431	20,22	20,09
1,33856	10,61	10,54	1,34445	20,44	20,33
1,3387	10,86	10,78	1,34458	20,65	20,54
1,33884	11,1	11,02	1,34472	20,89	20,76
1,33898	11,33	11,26	1,34486	21,11	20,99
1,33912	11,47	11,5	1,345	21,34	21,21
1,33926	11,81	11,74	1,34513	21,55	21,44
1,3394	12,05	11,98	1,34527	21,78	21,65
1,33955	12,3	12,22	1,34541	22	21,87
1,33969	12,53	12,46	1,34555	22,23	22,1
1,33983	12,76	12,69	1,34568	22,44	22,31
1,33997	13	12,92	1,34582	22,67	22,54
1,34011	13,23	13,15	1,34596	22,9	22,75
1,34025	13,47	13,4	1,3461	23,13	22,96
1,34039	13,7	13,62	1,34623	23,33	23,17
1,34053	13,93	13,86	1,34637	23,57	23,4
1,34067	14,16	14,09	1,34651	23,81	23,61
1,34081	14,41	14,32	1,34665	24,04	23,85
1,34096	14,66	14,57	1,34678	24,26	24,09
1,3411	14,89	14,81	1,34692	24,48	24,31
1,34124	15,13	15,06	1,34706	24,72	24,56
1,34138	15,36	15,28	1,3472	24,95	24,78
1,34152	15,59	15,5	1,34733	25,16	25
1,34166	15,83	15,74	1,34747	25,4	25,23
1,3418	16,06	15,96	1,3476	25,62	25,45
1,34194	16,29	16,19	1,34774	25,86	25,7
1,34208	16,52	16,41	1,34788	26,1	25,93

12 Determinación de la acidez volátil

12.1 Equipos

Destilador DE-1626
Bureta para valoración
Matraz kitasatos
Trompa de vacío

12.2 Reactivos

Solución saturada de bórax
Yoduro potásico cristalizado
Ácido clorhídrico ($d = 1,8$ ó $1,9$ g/l)
Ácido tartárico cristalizado
Solución de hidróxido de sodio 0,05N
Fenolftaleína 1%
Solución de yodo 0,005 M (0,01N)
Solución de engrudo de almidón 5g/l

12.3 Preparación de la muestra

Eliminar el gas carbónico de la muestra colocándola en un Kitasatos y poniendo en marcha la extracción de vacío mientras se agita suavemente.

12.4 Destilación

Poner en el tubo de destilación 20 ml de muestra, ya sin gas carbónico.

Añadir unos 0,5 g de ácido tartárico y poner en marcha el generador de vapor.

Recoger 250 ml de destilado en un matraz Erlenmeyer.

12.5 Valoración

Valorar con solución de hidróxido de sodio 0,1M en presencia de dos gotas de fenolftaleína.

12.6 Valoración de SO_2 libre

Añadir, a este destilado, 4 gotas de ácido clorhídrico, 2 ml de engrudo de almidón y algunos cristales de yoduro de potasio.
Valorar el SO_2 libre con solución 0.005 M de yodo.

12.7 Valoración de SO_2 combinado

Añadir la solución saturada de borato sódico hasta que aparezca una coloración rosa pálido (unos 20 ml).
Valorar con yodo 0.005 M.

12.8 Cálculos

Acidez volátil (meq/l) = $5 \times (V/2 - V'/10 - V''/20)$

Acidez volátil (g/l) = $0,3 \times (V - V'/10 - V''/20)$

V = Volumen en ml de hidróxido de sodio.

V' = Volumen en ml de yodo 0,01N en el SO_2 libre

V'' = Volumen en ml de yodo 0,01N en el SO_2 combinado

13 Determinación del Ácido Sórico

Método de determinación por espectrofotometría de absorción en el ultravioleta.

13.1 Principio

El ácido Sórico separado por destilación con arrastre de vapor de agua se determina en el destilado mediante espectrofotometría de absorción ultravioleta. Las sustancias que interfieren en la medida de la absorción en el ultravioleta se eliminan por evaporación a sequedad del destilado de la muestra, ligeramente alcalinizado por una solución de hidróxido de calcio.

13.2 Reactivos necesarios

- Ácido tartárico cristalizado.
- Solución de hidróxido de calcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$, aproximadamente 0.02M.
- Solución de referencia de ácido Sórico $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_2$ de 20 mg por litro: Disolver 20 mg de ácido Sórico en 2 ml. aproximadamente de solución 0.1M de hidróxido de sodio. Verter en un matraz aforado de 1000 ml, enrasar con agua. También pueden disolverse 26.8 mg de sorbato de potasio $\text{C}_6\text{H}_7\text{KO}_2$ en agua y completar con agua hasta 1000 ml.

13.3 Material necesario

- Equipo destilador por arrastre de vapor.
- Baño de agua a 100°C
- Cápsula de zirconio o porcelana de 55 mm de diámetro.
- Espectrofotómetro de rango ultravioleta con cubetas de cuarzo de 1 cm.

13.4 Procedimiento

13.4.1 Destilación

En el tubo de Ø42, introducir 10 ml de vino, añadir de 1 a 2 g de ácido tartárico. Introducirlo en el destilador y recoger 250 ml de destilado en el matraz aforado.

13.4.2 Curva patrón

Mediante diluciones con agua, preparar a partir de la solución de referencia cuatro soluciones patrón diluidas que contengan respectivamente 0.5, 1, 2.5 y 5 mg de ácido sórico por litro.

Medir con el espectrofotómetro las respectivas absorbancias a 256 nm de las soluciones patrón respecto al agua destilada.

Trazar la curva (lineal) de absorbancia en función a cada concentración.

13.4.3 Determinación

Introducir 5 ml de destilado en una cápsula de 55 mm de diámetro, añadir 1 ml de solución de hidróxido de calcio y una gota de solución de sulfato de cobre. Evaporar hasta sequedad en un baño de agua hirviendo.

Recoger el residuo con algunos mililitros de agua destilada, arrastrar cuantitativamente en un matraz aforado de 20 ml y enrasar con el agua de lavado, medir la absorbancia a 256 nm en comparación con una solución testigo obtenida con 1 ml de solución de hidróxido de calcio y dilución a 20 ml con agua.

Llevar el valor de la absorbancia medida a la recta patrón y deducir la concentración **C** de la solución en ácido sórico.

Nota: En la práctica corriente, esta evaporación o sequedad puede no ser necesaria. Medir directamente la absorbancia en el destilado diluido a 1/4 frente a agua destilada.

13.4.4 Expresión del resultado

La concentración en ácido sórico del vino expresada en miligramos por litro es igual a: $100 \times C$.

C = concentración en ácido sórico de la solución analizada mediante espectrofotometría, expresada en miligramos por litro.

14 Guía para la IQ y OQ

En algunos laboratorios se requiere que el instalador elabore un documento de IQ para certificar que la instalación del equipo se ha realizado correctamente y un documento de OQ para certificar que el equipo funciona correctamente. El instalador puede elaborar estos documentos a partir de la siguiente listas de comprobación:

14.1 Lista de comprobación de la IQ (Installation Qualification):

- Nombre del instalador.
- Nombre del fabricante:
- Identificación del equipo: Código, modelo y número de serie.
- Localización del equipo: Laboratorio y persona responsable del equipo.
- Comprobación del contenido del paquete:
- Emplazamiento del equipo:
 - Superficie de soporte, plana, estable, adecuada al peso del equipo, y espacio libre alrededor del equipo.
 - Toma de red eléctrica, toma de agua y desagües cercanos.
- Conexión a la red eléctrica.
Base fija de toma de corriente de red dispone de:
 - Borne de Tierra de protección.
 - Es adecuado a la potencia eléctrica del equipo.
 - La tensión de la red eléctrica es de 230V $\pm 10\%$
- Conexión a la red de agua.
 - La presión del agua es como mínimo de 1bar.
 - Las mangueras de desagüe se han fijado de forma fiable al desagüe de la instalación.
- Agua para el generador de vapor: comprobar que el agua que va a utilizarse para el generador de vapor cumple los requisitos del Apartado 4.4.
- El manual de instrucciones está disponible en un idioma comprensible para el usuario.
- Fecha y persona responsable de la instalación.

14.2 Lista de comprobación de la OQ (Operation Qualification):

- Nombre del instalador:
- Nombre del fabricante:
- Identificación del equipo: Código, modelo y número de serie.
- Localización del equipo:
- Verificación de que el equipo destila correctamente. Ver: 7.1
- Verificar la recuperación del alcohol mediante la destilación y posterior medida de su %Vol, de mezclas hidroalcohólicas preparadas volumétricamente partiendo del etanol y el agua destilada o del destilado de patrones certificados.

15 Garantía

La garantía cubre los componentes defectuosos y los defectos de montaje durante 1 año desde la fecha de compra.

Guardar la factura de compra como único documento válido de la fecha de compra.

La garantía no cubre los daños causados por un funcionamiento defectuoso del equipo. El equipo debe validarse adecuadamente antes de ser utilizado en el análisis de muestras valiosas para el usuario.

No se acepta ninguna devolución sin previa autorización de J.P. SELECTA, s.a.u.

16 Resolución de problemas

- **No se enciende el indicador verde del interruptor principal «ON»**

Verificar fusibles y cable de conexión a la red eléctrica.

Verificar el interruptor principal.

- **El equipo está continuamente añadiendo agua hasta que esta sale por el tubo muestra**

El equipo no detecta el nivel de agua porque tiene poca conductividad. Añadir unos 250ml de agua del grifo al depósito de agua.

Verificar el cable (blanco) de la sonda de nivel del generador de vapor.

- **Al finalizar la destilación, el contenido del tubo muestra es absorbido hacia el generador de vapor**

Verificar que la manguera de vapor sobrante no esté obturada.

Localizar la electroválvula de aireación:

Comprobar que se activa, verificar la tensión con un tester (230V).

Comprobar (desmontándola) que no esté obturada.

- **No entra agua de refrigeración**

Comprobar si el grifo de agua de red está abierto.

Localizar la válvula de entrada de agua refrigerante, verificar la tensión con un tester (230V). Si tiene tensión y no se abre, golpear el cuerpo de la válvula. Esto es debido a que un pequeño depósito de cal ha bloqueado el paso de agua. Si golpeando no es suficiente, desmontar la válvula para limpiar el paso de agua.

- **Alarma del termostato de seguridad (3) encendida y el equipo está bloqueado**

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

Para el rearme del termostato, esperar unos minutos a que la temperatura del generador baje a valores normales, y pulsar el botón de rearme.

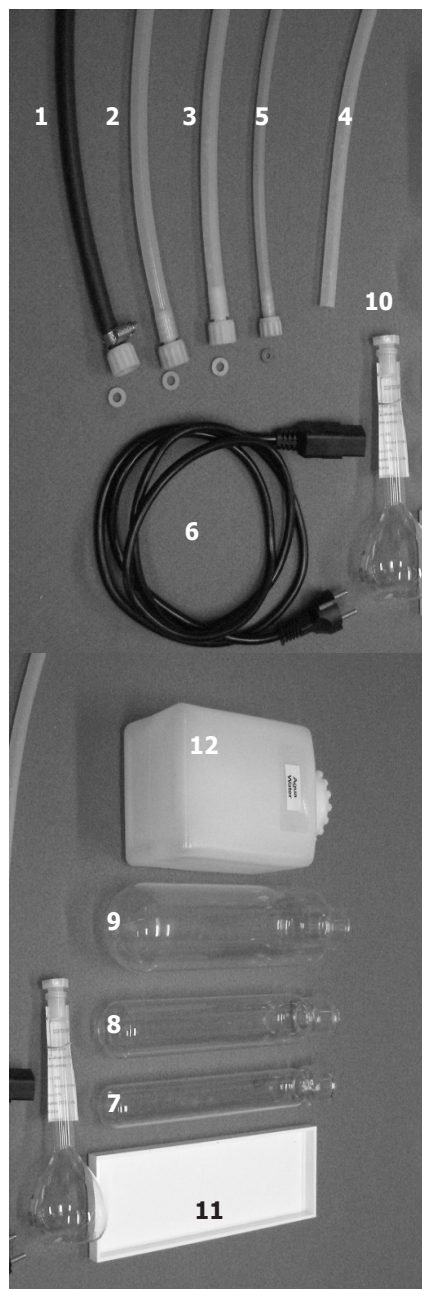
La causa del disparo del termostato es que el generador de vapor se ha quedado sin agua. Verificar los componentes del circuito de agua para generar vapor, depósito, bomba, mangueras, sonda de nivel.

- **La destilación no se detiene de forma automática**

Verificar que el matraz colector esté correctamente colocado (la pared del cuello del matraz debe tocar al detector de nivel).

Verificar, desde el interior del equipo, que el detector de nivel «detecta» el nivel de agua mediante el piloto amarillo del detector.

Ajustar su sensibilidad.



1 Packing list and accessories

1.1 Standard package content

- Distillation unit
- Tube 1.5m water input. 10 bar hose, connector 3/8". (1)
- Tube 1.5m water outlet. Silicone 8x14, connector 3/8". (2)
- Tube 1.5m remain steam. Silicone 8x14, connector 3/8". (3)
- Tube 1.5m boiler empty. Silicone 8x14. (4)
- Tube 1.5m water tank. Silicone 8x14, conenctor de 1/4". (5)
- Mains cord (6)
- Distillation Tube Ø 42 4042300 (7)
- Distillation Tube Ø 52 1001422 (8)
- Distillation Tube Ø 80 1000646 (9)
- 200ml graduated flask 1001636 (10)
- Drop collector tray (11)
- Tank 2l for H₂O (12)
- Instruction manual

1.2 Accessories

Tubes, racks & tongs:

- Distillation tube Ø 42 4042300
- Distillation tube Ø 52 1001422
- Distillation tube Ø 80 1000646
- Graduated flask 200 ml 1001636

Calibrated alcoholimeters

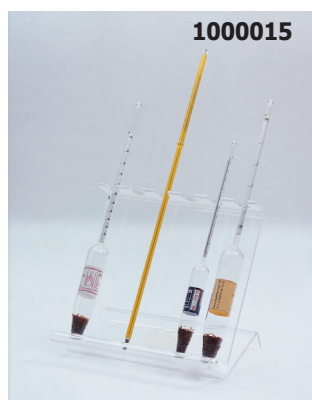
- 0 - 10 1001629
- 10 - 20 1001630
- 20 - 30 1001631
- 30 - 40 1001632
- 40 - 50 1001633
- 50 - 60 1001634
- 90 - 100 1001635
- Alcoholimeter holder 1000015

Rack :

- Rack for 6 tubes Ø42. 4000648
- Rack for 6 tubes Ø52. 4001473
- Rack for 6 tubes Ø80. 4001613

Safety Goods:

- Tongs for tubes 7000532
- Heat protection gloves 1001255
- Safety glasses 5028192



2 Safety

The alcohol distillation unit DE-1626 has the suitable measures for its use in laboratory. However, working with it can be hazardous and the user must be informed of some of those risks. In order to be respected, the risk of danger situations are remarked across this manual.

2.1 Safety symbols

It identifies the risky and safety actions to be applied. The symbols make reference to the paragraph marked with a grey line.



Warning

Warning of a dangerous operation.

Indicated instruction must be followed.



Hazard of electrical shock

Electric hazard for entering in areas marked with this signal, or for following the manual instruction marked by this icon. Follow the instructions for the described operation.



Hazard of burns to be in contact with hot surfaces

Temperature in this area can exceed 60°C. Use heat protected gloves for the described action. Follow the instructions for the described operation.



Important information

- Important information to obtain good results or for an optimal operation of the equipment.
- Important information to extend the life of the equipment or to avoid the degradation of some of its components.

2.2 Risks which the operator is put under

The process of determination of Kjeldahl Nitrogen with the described equipment exposes to the operator to the following situations of risk:

- Manipulation of glass parts.
- Possibility of touching parts to a temperature above 60°C.
- Possible exhibition to irritating acid steam.
- Electrical risk.

2.3 Personnel training

This equipment must only be operated by personnel trained and suitable qualified to work in a chemical laboratory and its common hazards.

This equipment must only be operated by personnel who have read and understood this manual or have been qualified on its manipulation and operation.



2.4 Proper uses of the equipment

This equipment is for laboratory use, for sample distillation by steam pulling. Mainly in Kjeldahl nitrogen analysis.

The improper use of this unit (not following manual instructions) can endanger the protection prepared by the equipment.

Do not use to distillate explosive or flammable substances.

This equipment is not designed and not manufactured to work in an explosive ambient area.

2.5 Modifications

The operation modification or the manipulation of the safety systems unauthorized by the manufacturer could expose the operator to hazards not indicated in this manual.

3 Overview

The DE-1626 is a steam distillation, mainly designed to obtain the distilled from sample for later measuring the %Vol (alcohol contents). The unit is validated according to CEE nº 2676/90 (wine analysis) and CEE Nº 2870/2000 (high degree drinks analysis) for alcohol degree determination.

The DE-1626 yields a fast steam distillation and an efficient recovery of volatile substances, as alcohol and acetic acid.

As the DE-1626 will essentially be used for alcohol degree determination, this procedure is given in high detail on the chapter 11. Chapters 5 and 6 describe the general operation of the unit and how to obtain the distilled from samples.

The unit has the following systems:

The steam generator

Generates steam from the water reservoir placed at the top of the unit.

The steam generator includes a **Safety thermostat** that cuts the electrical power to the heater when overtemperature is detected on the steam generator (probably for poor level of water) and a **pressure switch** that cuts the electrical power to the heater, when there is an overpressure on the steam generator.

Also includes a conductivity sensor to keep a constant level of water in the steam generator.

The distillation circuit

It is mainly made by glassware:

- The rectifier: with a special design to concentrate the volatile substances.
- The two stage coolant: it condensates the steam leaked from the sample. This glassware is cooled with a external water circulation that is automatically open/closed.

Automatic stop and addition for leveling

Made by a level sensor device and a valve that closes the distilled output and allows collector flask leveling.

Control panel



Plate, fuses and connector to power supply.

Addition valve to adjust level.



Distillation tube

Level sensor for automatic stop.

Collector flask

4 Installation

Once the unit is unpacked, visually check the packing list (see 1.1) and that there are no parts damaged during transportation. Save the packing for some days for later sending.

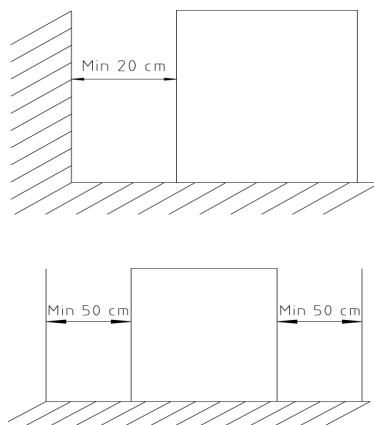
4.1 Suitable location

Place the unit over a flat level and stable surface, suitable for the unit weight.

No longer that 1.5m from a water tap, waste output and power supply plug.

To work comfortably, let a free space of 50cm on each side and not least than 20cm on the rear part.

Prepare to refill the water reservoir from the top of the unit.



4.2 Connection to power supply

Locate a power supply socket (rated to 16A) near the unit.

Use the power cord supplied or another of similar specification.

For safety reason, the socket must have ground terminal, since the unit must work grounded.

Before plugging on the socket, check that its voltage match the voltage marked on the unit plate.



4.3 Connection to tap water and waste

Connect the water entry hose to a water tap (1). Connect the water output hose from (2) to waste.

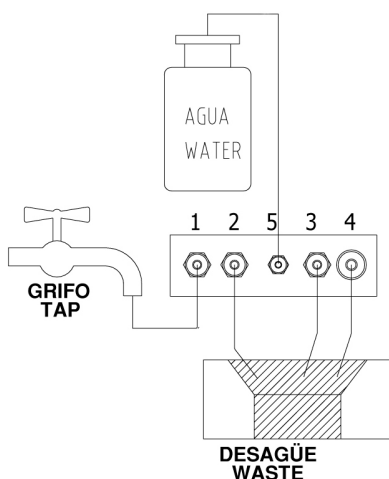
The hoses «remaining steam» (3) and «Steam generator empty» (4) must go to waste.

Do not forget the rubber white nuts on the hose's connections.

Press plastic connections by hand. Do not use any tool.

The tap water must have, at least, 1 bar pressure.

Keep the tap opened. The DE-1626 will open / close the cooling water automatically.



Note: It is critical in order that the unit works properly, the hose «Remaining steam» (3) MUST NOT BE IMMERSed under water, or blended or blocked by any reason.

4.4 Water for steam generator

The unit includes a 2 litres water reservoir, at the top, to store the water for the steam generator.

As the system used to control the level of water on the steam generator works by conductivity, water of at least 20 microSiemens must be used. Water, also, must have a low content of calcium to increase the life of the steam generator.

Water with this conductivity could be obtained from a demineralised unit. Or from distilled water and add 5 mg/l Sodium Chloride.



5 Operation

The control panel allows function selection and shows the distiller alarms status

Once the unit is plugged in, put it on, by pressing the main switch. The unit goes to stand by status (ON).

Note: If main switch is pushed consecutively with an interval of less than 3 seconds, the unit could start in abnormal mode. So wait for a few seconds to restart the unit.

On starting the unit for the first time, the water pump starts to work, automatically, to fill the steam generator. This operation usually takes near 40 seconds and it will stop when the steam generator is filled. Restart the unit if the alarm blocks it.

If, after this 40 seconds, this operation is approx not finished, please check that the water tank (visual check on the right hand side level), and also check the water conductivity. (See 4.4)

5.1 Insert/ Remove the distillation tube

- Insert the distillation tube starting from the PTFE tube.
- Push down the fixing lever.
- Check the upper black rubber closing and the tube fixing.

Proceed in a similar way to remove the distillation tube.

ATTENTION

Use thermal protection gloves.
The distillation tube is above 60°C
once distillation is finished.



Check properly
close

Check
fixing



5.2 Place the collector flask.

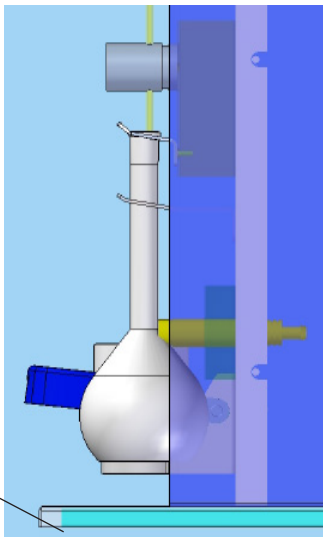
The collector flask must be placed carefully to assure that the automatic stop system will work properly.

The flask wall must be in contact with the level sensor face.

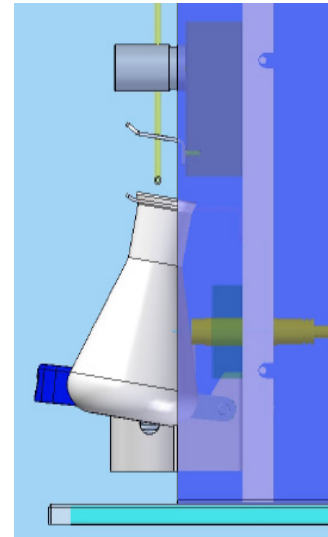
Note:

To assure that the automatic stop system will work properly:

The front side adjustable legs must be adjusted to left the unit slightly up from the front side.

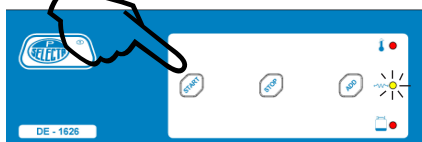


Placing 200ml graduated flask



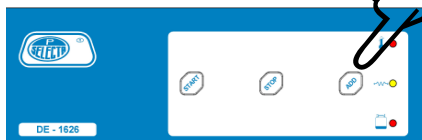
Placing the Erlenmeyer

START



Placement for the collector flask to add drops to near the graduated mark.

ADD



5.3 Distilling

On pushing the «START» key, the unit starts sample distillation.

This opens coolant water circuit and initiates the steam generation.

After 30s approx the sample starts to boil and its steams are driven to the cooler glassware for its condensation. The distilled is collected on the graduated flask or on the Erlenmeyer.

When the level on the collected distilled will be near the sensor, the distillation will be stopped automatically and the outlet valve closed to avoid that the level exceeds the mark of the graduated flask. Approximately 180ml will be collected.

Push the «STOP» key if you want to stop the sample distillation process.

5.4 Levelling

The level sensor will stop the distillation approximately at 180 ml.

Remove a little bit (see picture), the collector flask to add some drops of distilled to adjust up to near 200ml (an accurate adjust to 200ml must be done later when solution will be at 20°C).

On pushing «ADD» key, the outlet valve is opened to allow passing of some drops of distilled from the cooler glassware. Push it some times to adjust the level near the flask mark.

Proceed similar with the Erlenmeyer flask.

5.5 Alarms

To avoid dangerous situations for the operator or to protect the unit life, it includes some safety systems and some alarms:

(1) Alarm: «No water for steam generator»

- If the lamp (1) lights on sporadically :This means that water level control has detected a low level of water on the steam generator and automatically starts the water pump to get the suitable level of water.
- If the lamp (1) lights on permanently: This means that water level control has detected a low level of water on the steam generator for a long time and it automatically refills with water. This situation stops distillation. Probably the water reservoir is empty.

If the alarm blocks the unit, reset the unit by ON/OFF button.

(2) Heater status lamp.

This lamp lights when the heater is ON.

(3) Alarm: «Overtemperature» on the steam generator

This red lamp lights on when an overtemperature on the steam generator has switched the safety thermostat.

It inhibits all distiller functions. And cuts the power supply to the heating element.

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

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



6 Sample distillation

To obtain the distilled with the maximum content of alcohol or volatile substances and to get a good performance, the following working routine must be followed. Once the distilled is obtained, the alcohol degree must be measured (see chapters 11 and 12).

6.1 Check the level of external water tank

Refill the water tank with distilled water stabilized with 5 mg/l Sodium Chloride to get a minimum conductivity of 20 microSiemens.cm (see 4.4).

6.2 Unit warm-up

To assure that the unit gives maximum efficiency on the distillation, a warm-up step must be run previous sample distillation batch. To do it, just insert a distillation tube (any) with 25ml (aprox) of water and collect the distiller during 5 minutes (use an Erlenmeyer flask as collector).

Run this warm-up step after 1h of inactivity.

6.3 Choose the properly distillation tube

The distillation tube must be properly chosen to avoid the rectifier contamination and to get an optimal energy transfer to sample.

Use the following guide to choose the distillation tube:

- Tube Ø42 for samples of volatile acidity.
- Tube Ø52 for samples of volatile acidity.
- Tube Ø52 for samples of 100ml for alcohol degree.
- Tube Ø80 for samples of 200ml for alcohol degree.

Collector flasks.

- 200ml graduated flask to collect distilled for alcohol contend.
- 250ml Erlenmeyer flask to collect distilled for volatile acidity.

6.4 Distillation

Please follow this steps: (on the same order) (see also chapter 11 for accurated details)

- Visually check that the solenoid cooler is completely empty from rests of previous sample. If necessary, remove it on a separate flask by pushing «ADD» key.
- Add near 10ml of distilled water on the collector flask. This is to avoid the loss of alcohol on the first condensed drops.
- Place the collector flask on the flask holder. The flask wall must be in contact with the sensor face. The end of the tube from the cooler must be immersed under the level of the 10 ml of water.
- Place the sample on the distillation tube and insert it on the DE-1626.
- Push «START» key.
- When the level of distilled obtained reaches the sensor face, the unit will stops distillation automatically.
- First of all, remove the distillation tube.
- Add distilled drops by pushing «ADD» key until levelling the collector flask.



7 Unit verification (OQ)

Once the unit is installed and the operator trained with its operation, the unit could be qualified.

This process could be used as a Operation qualification (OQ).

There are two basic qualification operations:

7.1 Functional checking

Run this operation during the installation steps and daily for unit warm-up.

Follow chapter 5 instructions to distillate until the unit stops automatically (use Erlenmeyer or graduated flask).

When the unit is on the steady state, the distillation rate is between 30 - 40 ml per minute.

7.2 Checking the maximum etanol loss

This checking is widely used to certify that the unit works properly. Run some of this tests for training purposes before analyzing valuable samples.

It consists on preparing some 10% dilution of distilled water and etanol.

Prepare this solutions by using flask, and solutions at 20°C and room temperature at 20±3°C.

Obtain the distiller (see chapter 6 and chapter 11) 5 consecutive times and measure the alcohol degree of the distilled. The distilled must have an alcohol degree at least of 9.9%Vol. In other words, alcohol losses must be at least of 0.02% per distillation.

After the distillation, compare the original sample with the distilled one.

Note:

To get these results, you must work with high precision:



- Keep part of the hidroalcoholic initial solution to compare with the final distilled.
- Store all flasks stopped.
- Use only certified volumetric material.
- Work at room temperature 20±3°C.
- Do measure only at 20°C 20±0.5°C

See chapter 11 for more details.

8 Maintenance

The distillation unit DE-1626 needs a minimal maintenance operations. Run visual inspections inside to locate possible losses of liquid or steam on the joints, connections, or hoses.

To avoid metal parts corrosion, dry any occasional leakage of water inside the unit.

8.1 Cleaning the unit

8.1.1 Cleaning the distillation glassware

Every day clean the distillation glassware after samples distillation. Just distillate 50ml of distilled water for 5 or 6 minutes.

8.1.2 Chamber cleaning

The chamber and the drops collect tray must be cleaned every day just with a humid cloth and dried, to avoid deterioration.

8.2 Inspection of hoses (weekly)

Visually check the hose condition and its connections to different components. To avoid premature deterioration of the unit due to liquid leakage, replace as soon as possible any hose that has any leakage or damage.

Take these following cautions for hose replacing:

- Unplug the unit from the electrical power supply.
- Try, as far as possible, (see 8.3) that the hose to remove is empty.
- Use only hoses of material indicated on 11.2.
- Use clamps as if factory assembled.
- Once the hose is replaced, it must be checked for leakages.

8.3 Preparing for transport or storage

Once the unit has been used, proper actions should be taken for transport or storage. Initially clean the unit according to the former instructions.

8.3.1 Remove completely the water from the unit

- **Emptying the water reservoir and the steam generator**

1. Open the tap (4).
2. Start the unit, push «START» and then wait until the water pump empties the water reservoir.

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

1. Disconnect the hose for water **entry** from the tap water.
2. Switch ON the unit and push «START».

Note: From this point ,actuate in a fast way to avoid overtemperature on the steam generator.

3. Blow for the end of the **output** coolant water. The water will **come out** on the end cap of the **water in** hose.



CAUTION

Do not ship off the unit if water has not been completely removed.

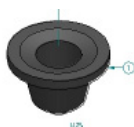
During transportation, water leakages could fall over important components and cause severe damages.

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

9 Technical specification

Mains voltage:	230V 50/60Hz (See plate)
	Other power supply voltages could be available (Ask to your dealer)
Electrical power:	2450W (See plate)
Steam generator power:	2400W
Maximum consumption:	11 A
Fuses:	15 A fast. dimensions: 20x5 mm
Power supply cord:	Phase, Neutral, Earth (section 1mm ²)
Weight (Net):	35 Kg
Dimensions: W x L x H	300 x 300 x 900 mm
Water reservoir volume: (external)	2 liters
Steam generator water consumption:	1 ... 1.25 ml per ml of distilled obtained.
Cooling water flow:	80 - 100 Liter/h
Ethanol losses:	<0.02%Vol per distillation
Distillation rate:	approx. 40 /minute
Short distillation time:	6 minutes. approx 200ml.
Long distillation time:	8 minutes. approx 250ml
Cooling water entry connector:	3/4"
Cooling water output connector:	3/4"
Remaining steam output connector:	3/4"
Sound level:	Lower than 60 dBA
Ambient conditions:	Inner use. Altitude up to 2000m Temperature from 5°C to 40°C. Relative maximum damp 80% for above 31°C temperatures, decreasing linealy to 50% for 40°C.
Overvoltage category:	Category II
Pollution degree:	2
Max pressure of boiler:	4 bar
Pressure switch cut:	0.1 bar
Glass material:	Borosilicate 3.3
Carriage material:	Iron with chemicals resistant coating
Chamber material:	Aluminium with RILSAN coating chemical resistant
Steam generator material:	Stainless steel.
Hosepipe material:	Silicone

32050



28129

10 Technical service

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

Find a spare parts list for easy buying and identifying.

10.1 Spare parts

- 16213** Electrovalve N. A.
- 16067** Water electrovalve.
- 16025** Distilled outlet clamp valve.
- 24278** Water bomb support.
- 28129** Lockgum.
- 28061** Drop tray.
- 32050** Steam generator 2400W.
- 47043** Cooler glass DE-1626
- 47044** Rectifier glass DE-1626
- 47045** Cooled union tube glass DE-1626
- 47259** Anti feedback valve.
- 29520** Relay electronic PCB.
- 29511** Control panel electronic PCB

Hoses:

- 46030 TEFLON TUBE 8X10MM** Tube immersed on the sample.
- 46041 Silicone tube 8x14** Water and Steam.
- 46042 Silicone tube 6x10** Water and Steam.
- 46143 3/4 WATER INLET HOSE** Connection to the water network
- 28264 LFL Tygon tube** Distilled outlet.

Adjusting screw



10.1.1 Adjusting the level sensor

It could be possible that along the time the collector level sensor changes its sensibility and never detects the distilled level or it actuates just by sensing the glass flask.

Turn the adjusting screw (see picture) to adjust it.

Place a flask with water on the collector and turn the screw until the yellow LED lights.



WARNING
Before any work inside the equipment
disconnect it from the mains.

11 Measuring the alcohol degree

11.1 Alcoholometer

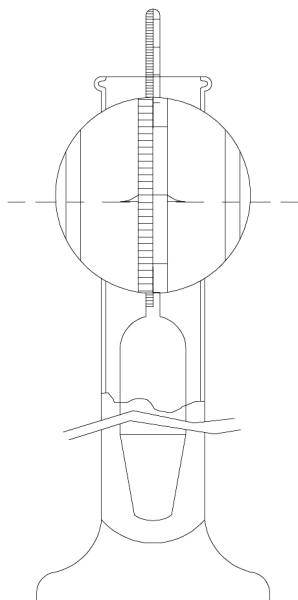
The volumetric alcohol degree (written as %Vol) is defined as the number of litres of Etanol and his homologous (Metanol, etc...) content in 100 litres of wine (or alcoholic drink in general), all measured at room temperature of 20°C.

The determination basis is easy: the alkalized sample is distilled and the alcohol % is measured by means of special graduated aerometers named alcoholometers.

There are other methods to measure the alcohol content on the distilled (hydrostatic scale, refractometer, ...) but the alcoholometer is the more accurate and repetitive method.

To obtain accurate results, you must work with a method that considers all factors that could have influence on the volumetrics and on the alcohol losses.

A complete method is presented here. It could be simplified according to laboratory requirements.



Alcoholimeter reading

11.1.1 Material

- Cylinder 250 ml (30cm high)
- Alcoholometers (see «accessories» on Chapter 1).
- Thermometer 0-35°C resolution 0.5°C.
- 200ml Calibrated flask (certified) with stopper.
- Bath or oven to work at 20°C.

11.1.2 Reagents

- | | | |
|------------------------------|---------|--------|
| • Calcium Hydroxide 2 mol/l: | PANREAC | 625409 |
| • Anti-foam liquid silicone | PANREAC | 211628 |
| • Distilled water. | | |

11.1.3 Production of distilled

In order to not have a negative effect on the results, room temperature must be $20 \pm 3^\circ\text{C}$.

Material preparation

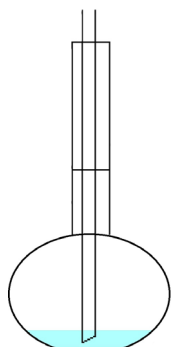
Store all the material that will be used at $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$ (cylinder, alcoholometers, calibrated flask, wine, samples..)

Removing CO₂

If the sample is a young or sparkling wine, proceed to remove the CO₂ by stirring the sample or with a ultrasonic bath.

Distilling

- Fill the 200ml calibrated flask up to his mark with the sample. Remove bubbles (all at 20°C).
- Pass the content to the Ø80 distillation tube.
- To be sure that all the sample has been passed to the distillation tube, clean 2 or 3 times the calibrated flask with around 10ml of distilled water and add it to the distillation tube.
- Add around 10ml of calcium hydroxide solution.
- Add some drops of anti-foam silicone solution.
- Use the same calibrated flask to collect the distilled.
- Add around 10ml of distilled water on the calibrated flask and place it on the DE-1626. Check that the output of the tube remains immersed under the water level (see figure).
- Start distillation.



Check that the output of the tube remains immersed under the water level.

levelling

- Once the distillation is finished, add some drops of distilled (see 5.4) up to near (without arrive) the 200ml mark.
- Put the top on the flask and let it on the 20°C bath or cabinet for at least 3h.
- Add distilled water at 20°C until the 200ml mark.

Measuring with the alcoholometer

Previously to start this operation, all material that will be used (flask, cylinder, alcoholometers,...) must be stored at $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$ for 4 h.

- Put distilled into 250ml cylinder.
- Place the alcoholometer (with a little spin movement).
- Wait 1 minute. Read %Vol from the bottom part of the mechanism.
- Repeat the reading of %Vol, 3 times at least and average. Write the result by using 2 decimals figures. Round last figure at 0 or 5.

Notes:

- If it is necessary, use a magnifier to read better the alcoholometer.
- To assure that the liquid temperature do not change during %Vol measurement, the room temperature must be $20 \pm 3^\circ\text{C}$.
- If the material used has not been stored at 20°C , measure the temperature for 1 minute before introducing the alcoholometer. The measured temperature must be round. (Example: 20.4°C will be round at as 20°C ; 20.6°C as 21°C) and then modify the %Vol according to table 1.
(This will produce a leak of accuracy on the result)

	Alcoholic strength by volume,% vol.												
	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
14°C	+0.85	+0.91	+0.97	+1.04	+1.12	+1.20	+1.29	+1.39	+1.49	+1.58	+1.68	+1.78	+1.88
15°C	+0.73	+0.77	+0.83	+1.89	+0.95	+1.02	+1.09	+1.16	+1.24	+1.32	+1.40	+1.48	+1.56
16°C	+0.60	+0.63	+0.67	+0.72	+0.77	+0.82	+0.88	+0.94	+1.00	+1.06	+1.12	+1.19	+1.25
17°C	+0.46	+0.48	+0.51	+0.55	+0.59	+0.62	+0.67	+0.71	+0.75	+0.80	+0.84	+0.89	+0.94
18°C	+0.31	+0.33	+0.35	+0.37	+0.40	+0.42	+0.45	+0.48	+0.51	+0.53	+0.56	+0.59	+0.62
19°C	+0.16	+0.17	+0.18	+0.19	+0.20	+0.21	+0.23	+0.24	+0.25	+0.27	+0.28	+0.30	+0.31
20°C	+0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
21°C	-0.17	-0.18	-0.19	-0.19	-0.20	-0.22	-0.23	-0.25	-0.26	-0.28	-0.29	-0.30	-0.31
22°C	-0.34	-0.36	-0.37	-0.39	-0.41	-0.44	-0.47	-0.49	-0.52	-0.55	-0.57	-0.60	-0.62
23°C	-0.51	-0.54	-0.57	-0.60	-0.63	-0.66	-0.70	-0.74	-0.78	-0.82	-0.86	-0.90	-0.93
24°C	-0.70	-0.73	-0.77	-0.81	-0.85	-0.89	-0.94	-0.99	-1.04	-1.10	-1.15	-1.20	-1.25
25°C	-0.89	-0.93	-0.97	-1.02	-1.07	-1.13	-1.19	-1.25	-1.31	-1.37	-1.43	-1.49	-1.56
26°C	-1.08	-1.13	-1.18	-1.24	-1.30	-1.36	-1.43	-1.50	-1.57	-1.65	-1.73	-1.80	-1.87

Table 1.: Alcohol degree correction according to temperature.



11.2 Scale + Immerser pending

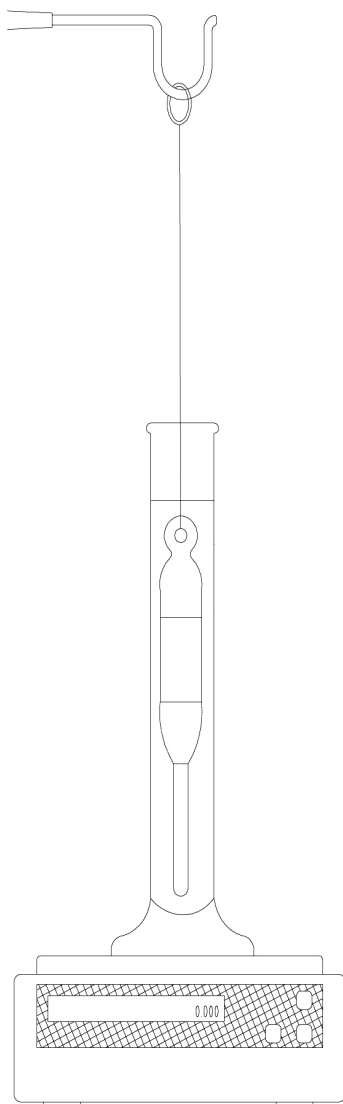
11.2.1 Material

- 100 ml Flask
- Immerser with its conversion table.
- Thermometer 0-35°C resolution 0.5°C
- Electronic balance

11.2.2 Procedure

Before start, check that ambient temperature is stable inside $20 \pm 3^\circ\text{C}$ and the distilled liquid temperature is stable inside $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$.

- Put the distilled in the 100ml flask.
- Insert the thermometer.
- Wait 1 minute and read the temperature.
- Remove the thermometer. Insert completely the immerser.
- Wait 1 minute. Take a read from electronic balance and calculate the %Vol from the conversion table supplied with the immerser.
- Repeat the reading, at least 3 times and average. Write the result, only with 2 tenth. Round second tenth at 0 or 5.
- If the measured temperature, once round it is not 20°C (p.e. 20.4°C is round at 20°C ; 20.6°C is round at 21°C) the %Vol must be corrected according table 1.



11.3 ABBE Refractometer

11.3.1 Material

- Abbe Refractometer range 1.330 to 1.346.

11.3.2 Procedure

There are 2 types of refractometers:

- Without temperature measurement.
- With temperature measurement.

On the first case, before using the refractometer and measuring the %Vol, remain refractometer and the sample in a chamber at $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$ for a 4h period. Then measure it in a room at $20 \pm 3^\circ\text{C}$.

On the second case probably, the refractometer has the capacity to climate the measuring area and the sample at 20°C . Before reading the refraction index, check that temperature is in $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$.

Follow the refractometer instructions sheet to read the refraction index.

By means of table 2, look for the %Vol by introducing the refraction index.

Remember to check the refractometer calibration.

The presence of methanol on the distilled produces a lower refraction index in front of a pure hydroalcoholic solution (Ethanol - Water). The hydroalcoholic solutions are used for calibration standards.

Table 2. Correspondence between the refractive index at 20°C and the GAV

Index of refraction at 20°C	Alcohol levels at 20°C		Index of refraction at 20°C	Alcohol levels at 20°C	
	Hydroalcoholic mixtures	Distillates		Hydroalcoholic mixtures	Distillates
1,33628	6,54	6,48	1,34222	16,76	16,65
1,33642	6,79	6,74	1,34236	16,99	16,88
1,33656	7,05	7	1,3425	17,22	17,12
1,3367	7,3	7,27	1,34264	17,44	17,34
1,33685	7,58	7,54	1,34278	17,68	17,56
1,33699	7,83	7,79	1,34291	17,89	17,78
1,33713	8,09	8,05	1,34305	18,12	18,01
1,33727	8,34	8,3	1,34319	18,36	18,23
1,33742	8,62	8,56	1,34333	18,59	18,46
1,33756	8,87	8,81	1,34347	18,82	18,7
1,3377	9,12	9,06	1,34361	19,05	18,92
1,33784	9,36	9,3	1,34375	19,28	19,17
1,33799	9,63	9,55	1,34389	19,51	19,4
1,33813	9,87	9,81	1,34403	19,75	19,62
1,33827	10,12	10,05	1,34417	19,98	19,86
1,33841	10,35	10,29	1,34431	20,22	20,09
1,33856	10,61	10,54	1,34445	20,44	20,33
1,3387	10,86	10,78	1,34458	20,65	20,54
1,33884	11,1	11,02	1,34472	20,89	20,76
1,33898	11,33	11,26	1,34486	21,11	20,99
1,33912	11,47	11,5	1,345	21,34	21,21
1,33926	11,81	11,74	1,34513	21,55	21,44
1,3394	12,05	11,98	1,34527	21,78	21,65
1,33955	12,3	12,22	1,34541	22	21,87
1,33969	12,53	12,46	1,34555	22,23	22,1
1,33983	12,76	12,69	1,34568	22,44	22,31
1,33997	13	12,92	1,34582	22,67	22,54
1,34011	13,23	13,15	1,34596	22,9	22,75
1,34025	13,47	13,4	1,3461	23,13	22,96
1,34039	13,7	13,62	1,34623	23,33	23,17
1,34053	13,93	13,86	1,34637	23,57	23,4
1,34067	14,16	14,09	1,34651	23,81	23,61
1,34081	14,41	14,32	1,34665	24,04	23,85
1,34096	14,66	14,57	1,34678	24,26	24,09
1,3411	14,89	14,81	1,34692	24,48	24,31
1,34124	15,13	15,06	1,34706	24,72	24,56
1,34138	15,36	15,28	1,3472	24,95	24,78
1,34152	15,59	15,5	1,34733	25,16	25
1,34166	15,83	15,74	1,34747	25,4	25,23
1,3418	16,06	15,96	1,3476	25,62	25,45
1,34194	16,29	16,19	1,34774	25,86	25,7
1,34208	16,52	16,41	1,34788	26,1	25,93

12 Volatile acidity determination

12.1 Equipment

Distilling unit DE-1626
Tritation Burette
Kitasatos flask or Ultrasonic bath
Vacuum pump

12.2 Reagents

Saturated solution of borax
Potassium iodide crystallized
Hydrochloric acid ($d = 1,8 \text{ ó } 1,9 \text{ g/l}$)
Tartaric acid crystallized
Sodium hydroxide 0,05N
Fenolftaleine 1%
Iodyne solution 0,005 M (0,01N)
Solution Starch paste 5g/l

12.3 Sample preparation

Remove the carbonic gas bubbles from sample by using ultrasonic bath or kitasatos flask and vacuum pump.

12.4 Distillation

Use the distillation tube 250ml (small one) and add 20 ml sample on it.

Add about 0.5 g of tartaric acid and start the steam generator.

Distill up to 250 ml on the erlenmeyer flask.

12.5 Tritation

Tritate distilled with sodium hydroxide 0.1M with two drops of fenolftaleine. Consumption will be «V».

12.6 Free SO₂ Tritation

Add on the 12.5 tritated solution, 4 drops of hydrochloric acid, and 2 ml de starch paste and some glasses of Potassium iodide.

Tritate the free SO₂ with 0.005 M Iodyne. Consumption will be «V'».

12.7 Combined SO₂ tritation

Add the Saturated solution of borax (Around 20ml) up to a pink solution appears. Tritate with 0.005 M Potasium Iodyne. Consumption will be «V''».

12.8 Calculation

V = NaOH consumption (ml) on tritation paragraph 12.5

V' = Iodyne 0.005M consumption on tritation paragraph 12.6

V'' = Iodyne 0.005M consumption on tritation paragraph 12.7

$$\text{Volatile acidity (meq/l)} = 5 \times (V - V'/10 - V''/20)$$

$$\text{Volatile acidity (g/l sulphuric acid)} = 0.49/2 \times (V - V'/10 - V''/20)$$

$$\text{Volatile acidity (g/l acetic acid)} = 0,3 \times (V - V'/10 - V''/20)$$

13 Determination of sorbic acid (SO₂)

(Method of determination by spectrophotometry of ultraviolet absorption)

Principle:

Sorbic acid separated by steam dragged distilling is determined in the distillate by spectrophotometry of ultra violet absorption. The substances which interfere in the measure of the absorption in the ultra violet are eliminated by evaporation to dryness of the distillate of the sample, slightly alkalinized by a solution of calcium hydroxide.

Necessary reagents:

- Crystallized tartaric acid.
- Solution of hydroxide of calcium Ca(OH)₂, approximately 0.02M.
- Reference solution of sorbic acid C₆H₈O₂ of 20 mg per litre: Dissolve 20 mg of sorbic acid in approximately 2 ml of solution 0.1M of sodium hydroxide. Pour into a calibrated flask of 1000 ml, level with water. 26.8 mg of potassium sorbate C₆H₇KO₂ can be dissolved in water and filled with water up to 1000 ml.

Necessary material:

- DE-1626 distilling unit by steam dragging.
- Water bath at 100°C.
- Zirconium or porcelain capsule of 55 mm in diameter.
- Spectrophotometer permitting the measuring a wavelength of 256 nanometers with 1 cm quartz tanks.

Procedure:

DISTILLATION

- 1- Place 10 ml of wine into the small bubble tube, add 1 or 2 g of tartaric acid. Put it in the DE-1626 distilling unit and collect 250 ml of distillate in the gauged flask.

PATTERN CURVE

- 2- By dilutions, prepare with water - from the reference solution - four pattern solutions which contain 0.5, 1, 2.5 and 5 mg of sorbic acid per litre respectively.
- 3- With a spectrophotometer, measure the respective absorbance at 256 nm of pattern solutions with regards to the distilled water.
- 4- Trace the absorbance curve regarding the concentration of solutions. The relation is lineal.

DETERMINATION

- 5- Introduce 5 ml of distillate in a capsule of 55 mm diameter, add 1 ml of calcium hydroxide solution and a drop of copper sulphate solution. Evaporate to dryness in a bath of boiling water.
- 6- Collect the residuum with some mililitres of distilled water, drag quantitative in a 20 ml gauged flask and drag with the rinsing water, measure the absorbance at 256 nm in comparison to witness solution obtained with 1 ml of solution of hydroxide of calcium and diluted at 20 ml with water.
- 7- Take the value of the measured absorbance and subtract the **C** concentration of the solution in sorbic acid.

Note: In current practice, this evaporation or dryness may not be necessary. Measure the absorbance directly in the diluted distilled at 1/4 against the distilled water.

EXPRESSION OF THE RESULTS

The concentration in sorbic acid of the wine expressed in milligrams per litre equals: $100 \times C$

C = concentration in sorbic acid of the analysed solution by spectrophotometry, expressed in milligrams per litre.

14 Guidelines for IQ and OQ

Some laboratories need the installer makes an IQ document to certificate the good installation of this equipment. As well as an OQ document to certificate the good working of this equipment.

The installer can elaborate those documents following the examples:

Checking list for IQ (Installation Qualification):

- Installer name.
- Manufacturer name.
- Unit identification: Code, model and serial number.
- Unit location: Laboratory, Person in charge.
- Checking packing list:
- Unit location match the requirements?
Water and electricity requirements are suitable?
- Electrical supply.
Socket:
 - Ground terminal?
 - Suitable to power consumption. (16A)
 - Voltage according plate $\pm 10\%$
- Water connection.
 - Water pressure bigger than 1bar.
 - Hose to waste are properly fixed and not blocked.
- Water for steam generator: according to chapter 4.4
- Personnel training: Operator personnel understand the instruction manual?.
- Date and name of who has made the Installation (Signed).

Checking list for OQ (Operation Qualification):

- Installer name.
- Manufacturer name.
- Unit identification: Code, model and serial number.
- Unit location: Laboratory, Person in charge.
- Check the equipment distillate correctly. See: 7.1
- Check alcohol recovery by means of distillate hidroalcoholic solutions prepared with volumetrics starting from Etanol and distilled water, or distilling certified standards.

15 Warranty

The warranty covers the defective components or faulty assembling of the unit for 1 year since the purchasing date.

Keep purchasing bill as the only valid document for the purchasing date.

The warranty does not cover damages caused for a unit malfunction. The unit must be suitably qualified before being used for valuable samples processing.

Return goods are not accepted without previous J.P. SELECTA, s.a.u. approval.

16 Troubleshooting table

- **The green indicator «ON» does not light.**

Check fuses and wiring connection cables.

Check main switch.

- **The equipment still adding water till it breaks out off the sample.**

The equipment do not detect the water level for low conductivity. Add about 250ml of tap water in the water tank.

Check the cable (white) of the level probe of the steam generator.

- **At the end of distillation, the sample tube content is absorbed to the steam generator.**

Check the steam hose is not obstructed.

Locate the aerated electrovalve:

Check it actives, check the voltage with a tester (230V).

Check (detaching it) it is not obstructed.

- **The refrigerating water does not enter.**

Check the tap is open.

Locate the refrigerating water input valve, check the voltage with a tester (230V). If there is voltage and the valve does not open, hit it. That is due to a small lime rest blocking the water pass. If hitting is not enough, detach the valve to clean the water pass.

- **Security thermostat Alarm warmed and the equipment is blocked.**

This alarm warns when there is an excessive temperature in the steam generator. In this case, the heating element stays disconnected by the thermostat and the control electronics blocks all the unit functions.

To rearm the thermostat, wait some minutes to let the temperature of the generator fall down to a more normal level, and pulse the rearm switch.

The cause of the thermostat disconnection is that the steam generator is lack of water. Check the hydraulic wiring to generate water, tank, pump, hoses, level probe.

- **Distillation does not stops automatically.**

Check that collector flask is properly placed on his holder (flask wall must be in contact with sensor face).

Check, from inside the unit, that the sensor detects the water level, this situation is indicated by a yellow light.

Adjust the sensibility.