



EXTRACTOR DE GRASAS

FAT EXTRACTOR

DET . GRAS N 2p
DET . GRAS N 6p

4002841
4002842

Indice

1 Lista de embalaje y accesorios.....	4
1.1 Contenido estandar del paquete 4002842 (6 plazas)	4
1.2 Contenido estandar del paquete 4002841 (2 plazas)	4
1.3 Accesorios.....	4
2 Seguridad	5
2.1 Riesgos.....	5
2.2 Riesgos a los que está sometido el operador.....	5
2.3 Cualificación del personal	5
2.4 Utilización del equipo	5
2.5 Modificaciones	5
3 Principio de funcionamiento	6
4 Instalación.....	7
4.1 Emplazamiento	7
4.2 Conexión a la red eléctrica	7
4.3 Conexiones a la red de agua y desagües. (Fig 4.3).	7
4.4 Selección de las juntas.....	7
5 Operación	8
5.1 Panel de mandos	8
5.2 Programación	8
5.3 Ejecutar un programa.....	9
5.4 Posición de la muestra y de las válvulas.	11
5.5 Subir / bajar las muestras dentro de la columna.	11
5.6 Ensamblado de los cartuchos de extracción.	11
5.7 Introducir los cartuchos en el extractor.	12
5.8 Colocación de los vasos.....	12
6 Proceso típico de extracción	13
6.1 Preparación de la muestra.....	13
6.2 Secado de la muestra	13
6.3 Tarado de los vasos	14
6.4 Colocación de muestras al extractor	14
6.5 Colocación de los vasos y Disolvente al extractor	14
6.6 Fase Boiling.....	15
6.7 Fase Rising.....	15
6.8 Fase de recuperación de disolvente.....	15
6.9 Fase de evaporación del disolvente	15
6.10 Adición de disolvente	15
8 Verificación del equipo. (OQ)	16
8.1 Verificación funcional.	16
8.2 Verificación de la recuperación de disolvente	16
9 Mantenimiento	17
9.1 Limpieza del equipo:	17
9.2 Cambio de Juntas:	17
9.3 Cambio de mangueras:	17
9.4 Cambio de fusibles:	17
9.5 Almacenamiento del equipo:	17
9.6 Preparación para el transporte equipo:	17
9.7 Piezas de recambio	17
9.8 Menú de diagnósticos	18
9.9 Resolución de problemas.....	19
9.10 Listado de ERRORES mostrado en el display:	19
10 Especificaciones técnicas	20
11 Garantía.....	20
12 Esquema del conexionado eléctrico.	21
13 Diseño del proceso.	22

Table of contents

1 Packing list and accessories	24
1.1 Standard package contents 4002842 (6 samples)	24
1.2 Standard package contents 4002841 (2 samples)	24
1.3 Accesories.....	24
2 Safety	25
2.1 Hazards	25
2.2 Risks which the operator is put under	25
2.3 Personnel training.....	25
2.4 Proper uses of the equipment.....	25
2.5 Modifications.....	25
3 Working principle	26
4 Installation	27
4.1 Suitable location	27
4.2 Connection to power supply	27
4.3 Connection to tap water and waste.(Fig 4.3)	27
4.4 Selecting the locking gasket.	27
5 Operation.....	28
5.1 Control panel.....	28
5.2 Programming	28
5.3 Running a program.....	29
5.4 Sample and manual valves position.....	31
5.5 Up / Down the sample into the column.	31
5.6 Mounting the extraction thimbles.....	31
5.7 Inserting the extraction thimbles into the unit.....	32
5.8 Inserting the beakers.....	32
6 The fat extraction process.....	33
6.1 Sample preparation.....	33
6.2 Drying the sample	33
6.3 Weighing the beakers.	34
6.4 Placing the samples in the extractor unit.	34
6.5 Placement of the beakers and Solvent into the extractor.	34
6.6 Boiling step	35
6.7 Rising step	35
6.8 Solvent recovery phase	35
6.9 Solvent Evaporation step and weighting	35
6.10 Solvent adding.....	35
8 Checking the unit. (OQ).....	36
8.1 Functional checking.	36
8.2 Solvent recovery checking.....	36
9 Maintenance	37
9.1 Unit cleaning:	37
9.2 Replacing gaskets:.....	37
9.3 Hose replacing :	37
9.4 Fuse replacing:	37
9.5 Storing the unit:	37
9.6 Preparing the unit for transportation:	37
9.7 Spare parts	37
9.8 Diagnostics menu	38
9.9 Problem solving.....	39
9.10 Error message on the display:	39
10 Technical specification	40
11 Warranty	40
12 Electrical wiring diagram	41
13 Process design.....	42



Fig 1. Caja con 25 cartuchos de celulosa para extracción Ø_{ext} 26 x 60

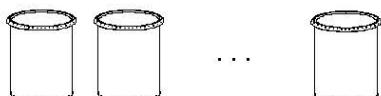


Fig 2. Vasos de aluminio



Fig 3. Soporte cartuchos

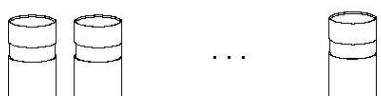


Fig 4. Tubo de alineación

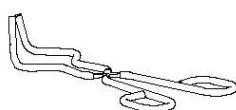


Fig 5. Pinza para manipulación de vaso



Fig 6. Pinza magnética para manipulación de cartuchos

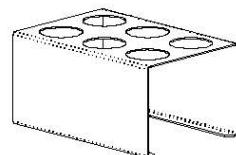


Fig 7. Gradilla para cartuchos de extracción

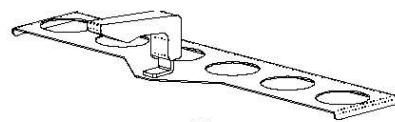


Fig 8. Gradilla porta-vasos

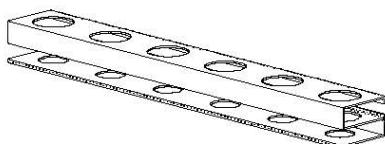


Fig 9. Gradilla de alineación

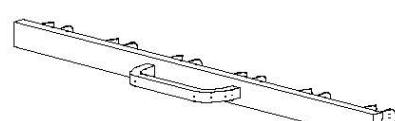


Fig 10. Asa de inserción.

1 Lista de embalaje y accesorios

1.1 Contenido estándar del paquete 4002842 (6 plazas)

Denominación	Unidades	Fig.
• Unidad de extracción	1	
• Caja con 25 cartuchos de celulosa para extracción	1 caja	(1)
• Vasos de aluminio para disolvente	18	(2)
• Soportes de cartucho	18	(3)
• Tubos de alineación	6	(4)
• Pinza para manipulación de vasos	1	(5)
• Pinza magnética	1	(6)
• Gradilla para cartuchos de extracción (6 plazas)	3	(7)
• Gradilla porta-vasos (6 plazas)	3	(8)
• Gradilla de tubos de alineación (6 plazas)	1	(9)
• Asa de inserción de cartuchos (6 plazas)	1	(10)
• Juego de juntas de Butyl	6	
• Mangueras de silicona con rosca de 1/4'	2	

1.2 Contenido estándar del paquete 4002841 (2 plazas)

Denominación	Unidades	Fig.
• Unidad de extracción	1	
• Caja con 25 cartuchos de celulosa para extracción	1 caja	(1)
• Vasos de aluminio para disolvente	6	(2)
• Soportes de cartucho	6	(3)
• Tubos de alineación	2	(4)
• Pinza para manipulación de vasos	1	(5)
• Pinza magnética	1	(6)
• Gradilla para cartuchos de extracción (2 plazas)	1	(7)
• Gradilla porta-vasos (2 plazas)	3	(8)
• Gradilla de tubos de alineación (2 plazas)	1	(9)
• Asa de inserción de cartuchos (2 plazas)	1	(10)
• Juego de juntas de Butyl	2	
• Mangueras de silicona con rosca de 1/4'	2	

1.3 Accesorios

• Caja con 25 cartuchos de celulosa para extracción	9415566
• Vasos de aluminio para disolvente	9405604
• Soporte de cartucho	9405357
• Tubo de alineación	9400214
• Pinza para manipulación de vasos	7000532
• Pinza magnética para manipulación de vasos	9405576
• Gradilla para cartuchos de extracción (6 plazas)	9405575
• Gradilla porta-vasos (6 plazas)	9405574
• Gradilla de tubos de alineación (6 plazas)	9433205
• Asa de inserción de cartuchos (6 plazas)	9433208

2 Seguridad

El equipo DET-GRAS N 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.

2.1 Riesgos

Riesgos y las medidas de seguridad que deben tomarse.



Riesgo de contacto con sustancias corrosivas e inflamables

Riesgo de contacto con disolventes. 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 de la superficie calefactora puede exceder los 60°C. Utilizar los accesorios especificados para la operación descrita.

No tocar la superficie calefactora ni los vasos de aluminio inmediatamente después de la extracción.

2.2 Riesgos a los que está sometido el operador

El método expuesto en este manual para la determinación del contenido de grasas con el equipo descrito expone al operador a las siguientes situaciones de riesgo:

- Manipulación de disolventes.
- Manipulación de piezas de vidrio.
- Posibilidad de tocar piezas a una temperatura superior a 60°C
- Riesgo eléctrico.

2.3 Cualificación del personal

Este equipo sólo puede ser utilizado por personal que ha sido cualificado adecuadamente para conocer los peligros a los que se está expuesto 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 el funcionamiento de este equipo.



2.4 Utilización del equipo

Este equipo está previsto para su utilización en laboratorios, en la extracción de grasa de muestras por disolventes. (Método similar al Soxhlet)

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

El equipo NO está preparado para trabajar en atmósferas explosivas, excepto las descritas en este manual.

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.

En particular no realizar ninguna extracción con disolventes sin las tapas de las cajas eléctricas.



3 Principio de funcionamiento

El equipo DET-GRAS N es un extractor de grasas por disolvente de forma similar al método clásico «Soxhlet».

El equipo funciona por calefacción eléctrica. Toda la parte eléctrica y electrónica está bajo protección IP55.

El equipo se compone de los siguientes sistemas:

El sistema de calefacción

Formado por un radiador de aluminio y 2 ó 6 elementos calefactores para obtener una perfecta homogeneidad de calefacción.

Las columnas de extracción

Diseñadas para proporcionar una extracción eficiente a partir de pasar disolvente a través de la muestra y para condensar el máximo de vapores del disolvente.

Sistema de cierre

Que mueve las columnas de extracción sobre los vasos de aluminio hasta asegurar el cierre hermético y evitar la fuga de disolvente.

Ciclo del disolvente (Ver Fig 3.1)

El camino que recorre el disolvente por el interior de la columna de extracción, es el que produce la extracción de la grasa de la muestra.

Inicialmente el disolvente se encuentra en el vaso situado en la base de la columna de extracción.

Debido a la calefacción, el disolvente se evapora al llegar a su punto de ebullición.

Los vapores ascienden, a través de la muestra, hacia la parte superior de la columna.

Debido a que la parte superior de la columna está refrigerada, se produce la condensación de los vapores del disolvente.

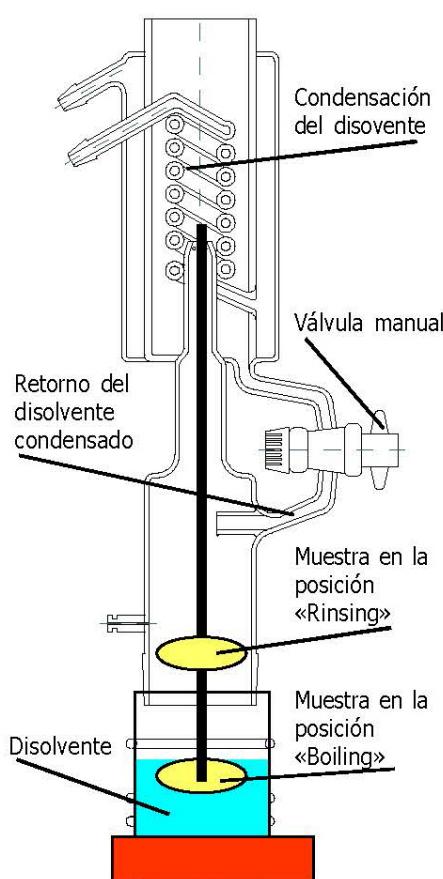
El disolvente condensado baja a través de la válvula manual y cae encima de la muestra, llevándose disuelta la grasa de la muestra.

Al llegar al vaso, el disolvente se evapora de nuevo, pero deja la grasa en el vaso.

Si se cierra la válvula manual, el disolvente se queda almacenado en la parte superior de la columna. Esta fase se denomina «Recuperación del disolvente».

La muestra puede situarse en dos posiciones:

- Posición elevada: En esta posición la muestra está sometida a la acción de los vapores del disolvente y a la acción de las gotas de disolvente que provienen de la parte superior de la columna. Esta posición se denomina «Rinsing».
- Posición sumergida: En esta posición la muestra está sumergida en el disolvente en ebullición. Esta posición se denomina «Boiling».



4 Instalación

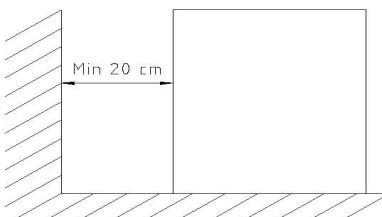


Fig 4.1.1: Espacio libre en la parte de atrás.

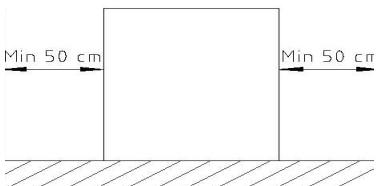


Fig 4.1.2: Espacio libre en los laterales.



Fig 4.3: Conexiones de entrada y salida de agua refrigerante

4.1 Emplazamiento

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

4.2 Conexión a la red eléctrica

Situar el equipo en una superficie plana, nivelada, estable y adecuada al peso del equipo. 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 a cada lado del equipo (Fig 4.1.2) y un mínimo de 20cm en la parte posterior. (Fig 4.1.1)

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 la 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 (Fig 4.3)

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

No olvidar poner las juntas en las conexiones de plástico. Apretar con la mano. No utilizar ninguna herramienta.

La presión y la temperatura de la red de agua debe ser suficiente para enfriar los vidrios condensadores. Temperaturas elevadas del agua de enfriamiento conlleva una condensación pobre del disolvente.

4.4 Selección de las juntas

El equipo se entrega con 2 juegos de juntas. Las juntas montadas por defecto son las de Viton. Cada juego es de un material diferente.

Nota: No mezclar las juntas de diferente material. Si el material y el disolvente no son compatibles, las juntas pueden deteriorarse rápidamente. Utilizar las juntas de uno u otro material según el disolvente de extracción y de acuerdo a la siguiente tabla:

Tabla compatibilidad entre disolvente de extracción y el material de las juntas

Disolvente	T ^a (°C)	Viton	Butyl
Acetona	130 - 150	*	
Acetonitrilo	140 - 160	*	
Tetracloruro de carbono	120 - 185	*	
Cloroformo	100 - 140	*	
Ciclohexano	140 - 180	*	
Diclorometano	100 - 130	*	
Éter di-etílico	80 - 100	*	
Dioxano	180 - 200	*	
Etilo acetato	150 - 180	*	
Hexano	140 - 155	*	
Éter de petroleo 40-60	100 - 135	*	
Éter de petroleo 40-60	120 - 160	*	
Tolueno	200 - 220	*	
Tricloroetileno	150 - 180	*	

5 Operación

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

El equipo no dispone de interruptor principal. Una vez enchufado a la red, el equipo se pone en marcha. Pulsando la tecla «ESC» desde el menú principal se «suspende» su funcionamiento (similar a cuando se apaga un televisor con el mando a distancia). En este estado, el consumo energético es mínimo.

Para poner de nuevo el equipo en marcha, pulsar cualquier tecla.

Nota: Si prevé un largo periodo de inactividad se recomienda desconectar de la red eléctrica.

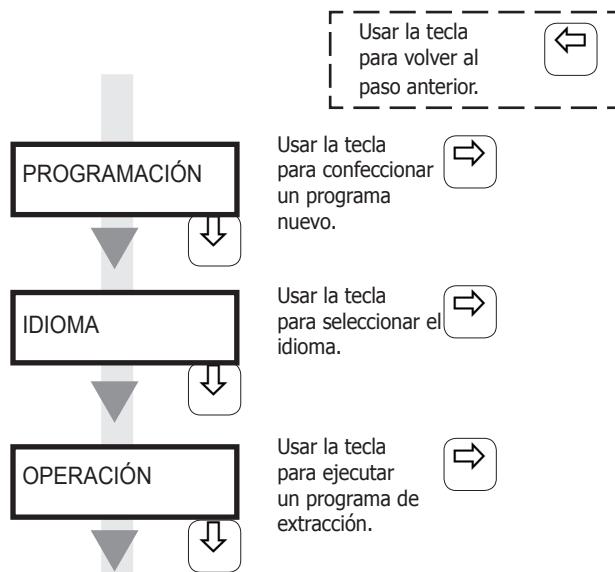


Fig 5.1 Panel de control.

5.1 Panel de mandos

La figura 5.1 muestra el panel de mandos del DET GRAS N, compuesto por un display LCD y 4 teclas.

El software de control se inicia en el siguiente menu principal:

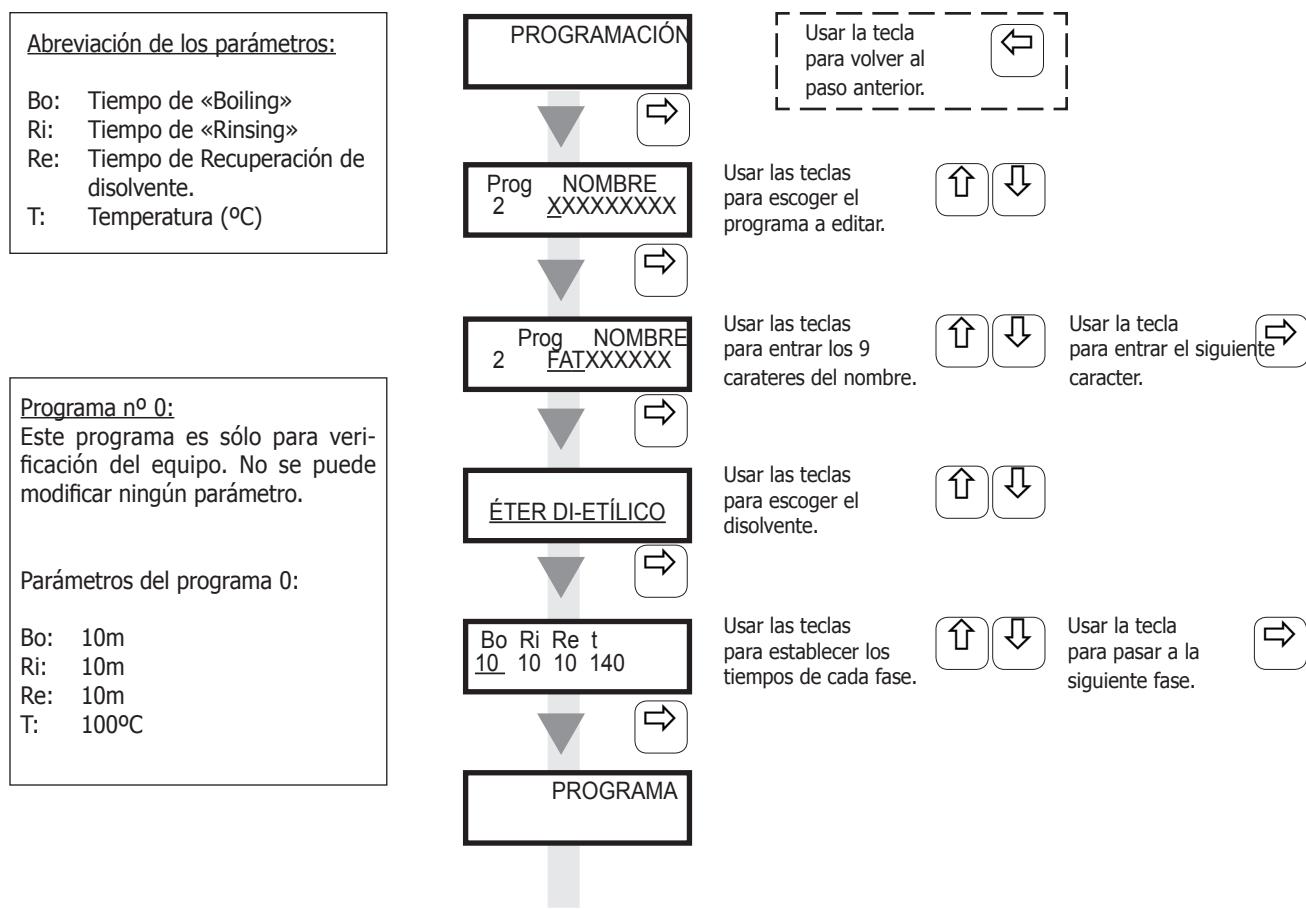


5.2 Programación

Para realizar una extracción de grasa debe utilizarse un programa. Pueden almacenarse hasta 15 programas, para tener memorizados diferentes procesos de extracción.

Un programa contiene los siguientes parámetros:

- Título: Un nombre de 9 letras. Utilice un nombre que le sea útil para recordar la aplicación del programa, por ejemplo el tipo de muestra.
- Disolvente: A partir del disolvente seleccionado se establece automáticamente la temperatura de calefacción. Esto evita el peligro de utilizar una temperatura que pueda resultar peligrosa para el disolvente utilizado.
- Tiempo de «boiling»: Tiempo (minutos) en que la muestra estará sumergida en el disolvente hirviendo.
- Tiempo de «rinsing»: Tiempo (minutos) en que la muestra estará sometida a la acción de los vapores del disolvente y al disolvente líquido procedente de la condensación.



Trabajar con temperaturas diferentes

Para evitar situaciones peligrosas, el DET GRAS N tiene establecida una temperatura de extracción para cada disolvente que no puede modificarse (se han tenido en cuenta los disolventes más utilizados).

Esto evita el peligro de trabajar a temperaturas cercanas a los puntos de autoinflamación de los disolventes.

No obstante, puede modificarse esta temperatura, si fuera necesario.

Para ello en la lista de disolventes, seleccionar «LIBRE». Esto permite entrar una temperatura establecida por el usuario.

5.3 Ejecutar un programa



ATENCIÓN

Peligro de INCENDIO

Asegúrese de que utiliza un programa adecuado al disolvente utilizado en la extracción.



ATENCIÓN

Peligro de INCENDIO

Asegúrese de que ha abierto el grifo del agua para la refrigeración.

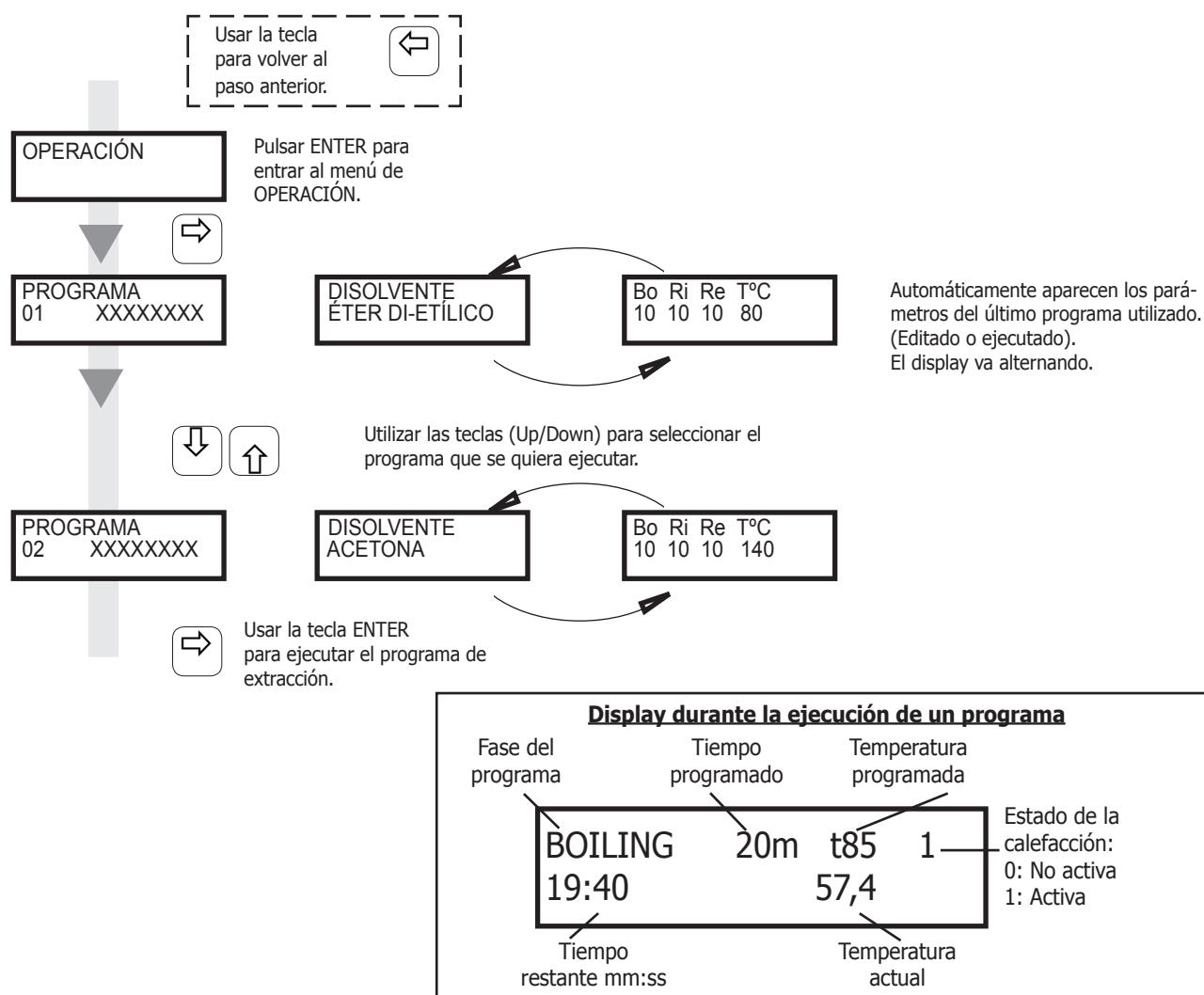
Para ejecutar un programa:

- Abrir el grifo del agua refrigerante.
- Ir al menú «OPERACIÓN» para ejecutar un programa. (Ver 5.2)
 - Al seleccionar «OPERACIÓN» aparece en primer lugar el último programa utilizado o programado.
 - Seleccionar el programa «0» sólo para verificar el equipo.
 - El programa se pone en marcha con la tecla ENTER/START y puede detenerse en cualquier momento con la tecla ESC/STOP
- El programa inicia la fase de «BOILING», por lo tanto, situar los cartuchos de extracción en la posición baja. (Ver 5.5). Transcurrido el tiempo de «BOILING», el equipo emitirá unos pitidos y el display parpadeará.



No dejar el equipo completamente desatendido.
Prestar atención a la finalización de cada fase para cambiar la posición de los cartuchos de extracción.

- El equipo pasará directamente a la fase «RINSING». Situar los cartuchos en la posición elevada. Transcurrido el tiempo de «RINSING», el equipo emitirá unos pitidos y el display parpadeará.
- El equipo pasará directamente a la fase «Recuperación». Cerrar las válvulas manuales para recuperar el disolvente. Transcurrido el tiempo de «Recuperación», el equipo emitirá unos pitidos y el display parpadeará.





5.4 Posición de la muestra y de las válvulas

En cada fase del programa de extracción: «Boiling», «Rinsing» y «Recuperación de disolvente», las muestras y las válvulas manuales deben cambiarse de posición. Estos cambios no son automáticos, deben realizarse manualmente.

Al final de cada fase se emitirá un «bip» y el display parpadeará.

Nota: El equipo cambia automáticamente de fase. Al concluir la fase «Boiling», pasa automáticamente a la fase «Rinsing» e igual ocurre con la «Recuperación de disolvente».

Esta tabla resume la posición de la muestra y de las válvulas manuales en cada fase de extracción:

Fase	Posición de la muestra	Válvulas manuales
Boiling	Abajo	Abierta
Rinsing	Arriba	Abierta
Recuperación	Arriba	Cerrada



5.5 Subir / bajar las muestras dentro de la columna

Utilizar los pomos laterales para cambiar la posición de las muestras.

Situar en la posición superior para:

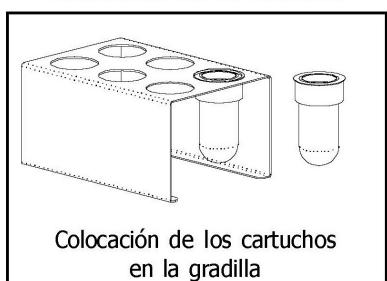
- Introducir las muestras (cartuchos) en el extractor.
- Ejecutar la fase «Rinsing».

Situar en la posición inferior para:

- Sacar las muestras (cartuchos).
- Ejecutar la fase «Boiling».



Ensamblado de los cartuchos



5.6 Ensamblado de los cartuchos de extracción

Cada cartucho de extracción debe ensamblarse en un soporte de cartucho. Estos son ferra-magnéticos y se adhieren al imán de la columna de extracción.

- Limpiar el cartucho (si es reutilizado) con éter u otro disolvente desengrasante.
- Insertar cada cartucho en un soporte. Asegurarse de que está bien apretado.
- Utilizar guantes de látex para no ensuciar los cartuchos con la grasa de las manos.
- Guardarlos en la gradilla soporta cartuchos.

Nota: A lo largo del proceso, utilizar guantes y pinzas para evitar tocar las muestras con las manos y afectar el resultado con la grasa propia de las manos.





1

5.7 Introducir los cartuchos en el extractor

Junto con el extractor se suministran unos accesorios para manipular las muestras sin que sea necesario el contacto con las manos y para poder introducirlas en el extractor todas a la vez.

- Situar los imanes de cada columna en la posición elevada. (Ver 5.5)
- 1. Colgar la «gradilla de alineación» en la parte frontal del extractor.
- 2. Colocar los «tubos de alineación» en los huecos de la «gradilla de alineación».
- 3. Colocar los «cartuchos de extracción» en los «tubos de alineación».
- 4. Capturar los «tubos de alineación» con el «asa de inserción»
- 5. Situar el «asa de inserción» debajo de las columnas de extracción.
- 6. Bajar los imanes de las columnas de extracción hasta capturar los cartuchos de extracción.
- 7. Elevar los imanes (que se llevarán adheridos los cartuchos).
- 8. Extraer el «asa de inserción».

Los cartuchos están preparados para la extracción.



2



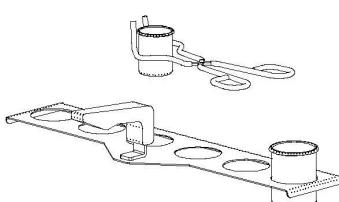
3



4



5



Encajar los vasos en la gradilla



Palanca de desbloqueo

5.8 Colocación de los vasos

Los vasos de aluminio o vidrio recogen la grasa que se extrae de la muestra. Se colocan en la base de cada columna de extracción.

El cierre hermético entre el vaso y la columna se debe a una junta de material flexible (Ver 5.3).

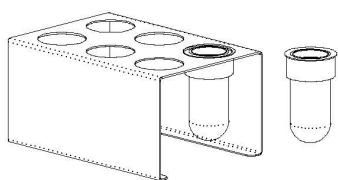
La operación de colocar los vasos debe realizarse con precaución, porque una mala colocación puede dañar la junta y provocar pérdidas de disolvente.

Colocación de los vasos:

- Encajar los vasos en la gradilla porta - vasos.
- Elevar las muestras a la posición «Elevada».
- Situar la «gradilla porta-vasos» debajo de las columnas de extracción.
Bajar la palanca y al mismo tiempo alinear los vasos para que queden encajados bajo la pieza de teflón blanca de cada columna.
- Bajar la palanca de fijación hasta que quede bloqueada.
- Para desbloquear, tirar de la palanca de desbloqueo.



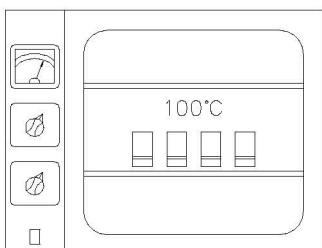
Colocación de los soportes de cartuchos.



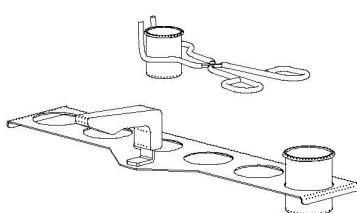
Colocación de los cartuchos en la gradilla



Manipulación de los cartuchos de extracción



Secar las muestras a unos 105°C



Manipulación de los vasos

6 Proceso típico de extracción

Un proceso típico de extracción consta de las siguientes fases:

1. Preparación de la muestra.....	6.1
2. Secado de las muestra.....	6.2
3. Tarado de los vasos.....	6.3
4. Colocación de las muestras al extractor.....	6.4
5. Colocación de los vasos y disolvente al extractor.....	6.5
6. Fase «Boiling».....	6.6
7. Fase «Rising».....	6.7
8. Fase de recuperación de Disolvente.....	6.8
9. Fase de evaporación de Disolvente.....	6.9

6.1 Preparación de la muestra

La extracción de grasas por disolvente (Soxhlet) es eficiente cuando el disolvente puede llegar a todas las partes de la muestra. Por ello, si la muestra está molida y triturada, la extracción es más eficiente. No obstante se debe tener en cuenta que en las operaciones de triturado se pierde grasa, que queda «pegada» en el molino o triturador. Para minimizar este error se suele preparar una cantidad grande de muestra. (Mínimo 500gr)

Si la muestra se tritura en un pequeño mortero, éste se puede limpiar con un algodón mojado en disolvente y añadir el algodón a la muestra.

Introducir en el cartucho de extracción unos 3g de muestra. (Y el algodón utilizado para limpiar)

Limpiar los soportes de cartucho con disolvente o algún desengrasante y encajarlos en los cartuchos de extracción. Almacenarlos en la gradilla.

Para trabajar con precisión durante la manipulación de los cartuchos, es aconsejable no tocarlo con los dedos ya que se pueden dejar restos de grasa. Para ello utilizar guantes de goma o utilizar las pinzas suministradas.

Según el tipo de muestra, se realizará una hidrólisis previa. (Ver notas de aplicación.)

6.2 Secado de la muestra

Dado que la presencia de agua impide la acción del disolvente, la muestra debe secarse en una estufa antes de la extracción. Este proceso suele producirse a 105°C durante un tiempo que puede variar entre 1 y 24h, según la cantidad de agua de las muestras. Utilizar la «gradilla para cartuchos de extracción».

Esta larga etapa en ocasiones se puede omitir. Para saber si es o no necesaria, deben realizarse varios ensayos con y sin secado y comprobar si se obtienen los mismos resultados. Depende fundamentalmente del tipo de muestra y de su contenido de agua / humedad.

Si las muestras no van a ser utilizadas inmediatamente, conviene almacenarlas en un desecador.



Cartuchos de extracción preparados para introducirlos en el extractor.



Introducción de los cartuchos al extractor.



Colocación de los vasos al extractor.



Colocación correcta de los vasos.

6.3 Tarado de los vasos

Los vasos de aluminio deben estar completamente limpios de grasa y secos. Es recomendable lavarlos con disolvente desengrasante y volátil para asegurar que están secos.

Una vez limpios, manipularlos con guantes de látex o pinzas.

Numerar los vasos con un rotulador indeleble.

Pesar con precisión (recomendable 0.0001 g) cada vaso y anotar el resultado.

Colocar los vasos en la «gradilla porta-vasos».

6.4 Colocación de muestras en el extractor

Encajar la «gradilla de alineación» en el perfil de la parte delantera de la unidad de extracción.

Colocar en la gradilla los «tubos soporta-cartuchos».

Con ayuda de la «pinza magnética», traspasar los cartuchos de la «gradilla de cartuchos de extracción» a los «tubos de alineación».

En la unidad de extracción, situar las palancas de cada columna en posición «Ele-vada».

Con el «asa de inserción» coger los «tubos de alineación» e introducirlos en la unidad de extracción procurando que cada cartucho se adhiera al imán de cada columna.

6.5 Colocación de los vasos y disolvente al extractor

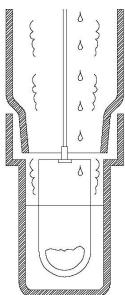
En la unidad de extracción, situar los imanes de cada columna en posición «Baja».

Añadir en cada vaso de aluminio unos 50ml de disolvente.

Mediante la «gradilla porta-vasos», introducir los vasos en cada columna. Bajar la palanca y al mismo tiempo alinear los vasos para que queden encajados bajo la pieza de teflón blanca de cada columna.

La unidad está preparada para la extracción.

A partir de este momento, el disolvente empieza un ciclo: ebullición - evaporación - condensación, sometiendo la muestra a la acción del disolvente (en estado gaseoso o líquido) y extrayendo la grasa de la muestra al vaso de aluminio.



En la fase «Boiling» la muestra está sumergida en el disolvente.



En la fase «Rinsing» el disolvente arrastra la grasa de la muestra.



Posición de las válvulas para la recuperación del disolvente.

6.6 Fase Boiling

Situar los imanes de cada columna extractora en la posición «BOILING».

En esta posición la muestra está sumergida en el disolvente en ebullición. Esta fase acelera el proceso de extracción. Pero dependiendo de la naturaleza de la muestra, un tiempo largo de «Boiling» exige también un tiempo largo de «Rinsing».

Un tiempo típico para esta fase es de 30 - 45 minutos.

Este tiempo puede acortarse si después de varios ensayos con menos tiempo dan resultados iguales.

6.7 Fase Rinsing

Situar los imanes de cada columna extractora en la posición «RINSING».

En esta posición la muestra está sometida a los vapores del disolvente y al disolvente líquido procedente de la condensación del refrigerante a reflujo de la parte superior de la columna. Esta fase suele ser más larga que la fase «BOILING».

Un tiempo típico para esta fase es de 40 - 60 minutos.

Este tiempo puede acortarse si después de varios ensayos con menos tiempo dan resultados iguales.

6.8 Fase de recuperación de disolvente

Girar a posición horizontal la llave de teflón de cada columna.

En la unidad de extracción, asegurarse de que los cartuchos de extracción se encuentran en la posición «RINSING».

En esta fase el disolvente que proviene de la condensación no vuelve al vaso de aluminio sino que es retenido en la parte superior de la columna.

Un tiempo entre 10 y 30 minutos es suficiente para recuperar los 50 ml de disolvente.

Finalizada esta fase los vasos de aluminio contienen sólo la grasa de la muestra

6.9 Fase de evaporación del disolvente

Dado el carácter gravimétrico de la técnica, cualquier resto de disolvente que pudiera quedar en el vaso sería considerado como grasa.

Por lo que es importante garantizar la absoluta ausencia de disolvente en el vaso de aluminio al final de la extracción ya que este será contabilizado como grasa.

Levantar la palanca lateral, extraer los vasos de aluminio y llevarlos a la estufa pre-calentada a unos 105°C durante unos 15 minutos.

Finalizada la operación, retirar los vasos de la estufa y pesarlos.

El incremento de peso, respecto a la tara del vaso, es la grasa extraída de la muestra.

6.10 Adición de disolvente

Puede añadirse disolvente durante el proceso por la parte superior de la columna de extracción con la ayuda de una jeringa.



Adición de disolvente durante la extracción.

7 Verificación del equipo (OQ)

Una vez instalado y conocido su funcionamiento, es necesario verificar su funcionamiento. Esta verificación es conocida, en ocasiones, con el nombre de OQ.

La verificación del equipo se realiza a dos niveles:

7.1 Verificación funcional

Esta verificación se realiza sin disolvente. No introducir ningún vaso de aluminio ni ningún cartucho en el equipo.

El menú de diagnósticos (Ver 9) puede utilizarse para esta verificación.

Programar una temperatura de 100°C y verificar que la temperatura de la superficie calefactora se estabiliza a unos 100°C ± 10°C, se mantiene estable y es uniforme en toda la superficie.

7.2 Verificación de la recuperación del disolvente

Esta verificación mide la recuperación del disolvente.

- Preparar 2 o 6 vasos de aluminio.
- Medir con una probeta 50 ml de disolvente, para cada vaso.
- Insertar los vasos en el DET GRAS N.
- Ejecutar un programa P0. Si se hace con otro disolvente, el tiempo de recuperación puede variar llegando a ser necesario en algunos casos hasta 30 minutos:

Temperatura: Según el disolvente utilizado.

Boiling: 15 minutos.

Rinsing: 15 minutos.

Recuperación: 10 minutos.

- Dejar enfriar el equipo unos 20 minutos.
 - Válvulas manuales cerradas.
 - Agua refrigerante abierta.
- Extraer los vasos de aluminio.
- Insertar otro conjunto de vasos, frío.
- Medir el volumen de disolvente recuperado en cada vaso. Trabajar con rapidez para evitar la evaporación del disolvente.
- Calculamos la recuperación:
$$R(\%) = P_2 / P_1 *100$$
- La recuperación aceptable está por encima del 50 %.



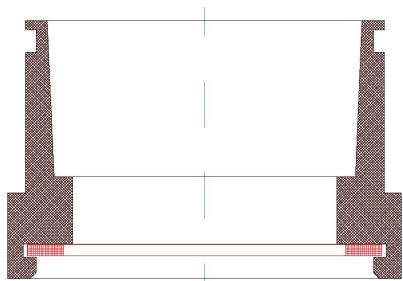


Fig 8.1 Junta

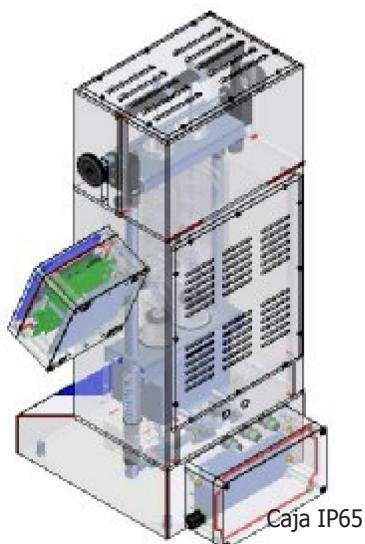
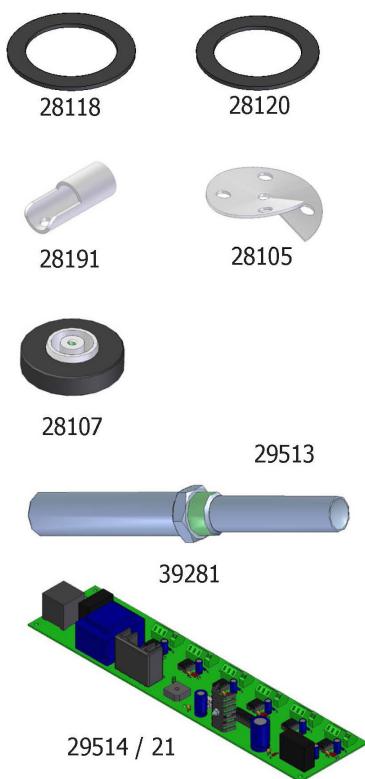


Fig 8.2 Extraer los 4 tornillos de la caja IP65 para el cambio de fusibles.



8 Mantenimiento

El extractor DET GRAS N utiliza disolventes que puede deteriorar el envolvente del equipo. Para evitar la corrosión del equipo es necesaria una limpieza adecuada.

8.1 Limpieza del equipo

Utilizar un paño ligeramente humedecido con agua jabonosa para la limpieza general del equipo. En caso de fuga de disolvente, secar con un paño lo antes posible.

8.2 Cambio de juntas

Revisar las juntas una vez al mes en caso de que se produzca una fuga de disolvente. Cambiarlas si no son flexibles y planas.

8.3 Cambio de mangueras

Utilizar manguera de silicona Ø8 x 14 para reemplazar las mangüeras del agua refrigerante.

8.4 Cambio de fusibles

Los fusibles del equipo están en el interior de la caja estanca IP65 de la parte trasera. (Ver fig. 9.2)

Desenchufar el equipo de la red eléctrica antes de abrir la caja IP65.

8.5 Almacenamiento del equipo

No almacenar el equipo con disolvente en su interior.

8.6 Preparación para el transporte del equipo

No transportar el equipo con disolvente en su interior.



ATENCIÓN

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

8.7 Piezas de recambio

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.

- 28105** Tapa de condensación de teflón.
- 28107** Imán soporte cartucho de extracción.
- 28118** Junta de Vitón.
- 28120** Junta de Butyl.
- 28191** Guía.
- 29513** Placa de control.
- 29514** Placa de potencia 6 plazas.
- 29521** Placa de potencia 2 plazas.
- 39281** Resistencia de cartucho 100W 230V.
- 46041** Manguera de silicona 8x14
- 47049** Columna de extracción.



47049

8.8 Menú de diagnósticos

El DET GRAS N incluye un menú para diagnosticar algún problema en la medida y control de la temperatura.

Esta operación sirve para homogeneizar la temperatura de las diferentes sondas internas del equipo.

- **Auto-calibración:** Esta operación sirve para calibrar la temperatura de la superficie calefactora respecto a un termómetro exterior. (Debe disponer de una sonda adecuada para medir superficies).

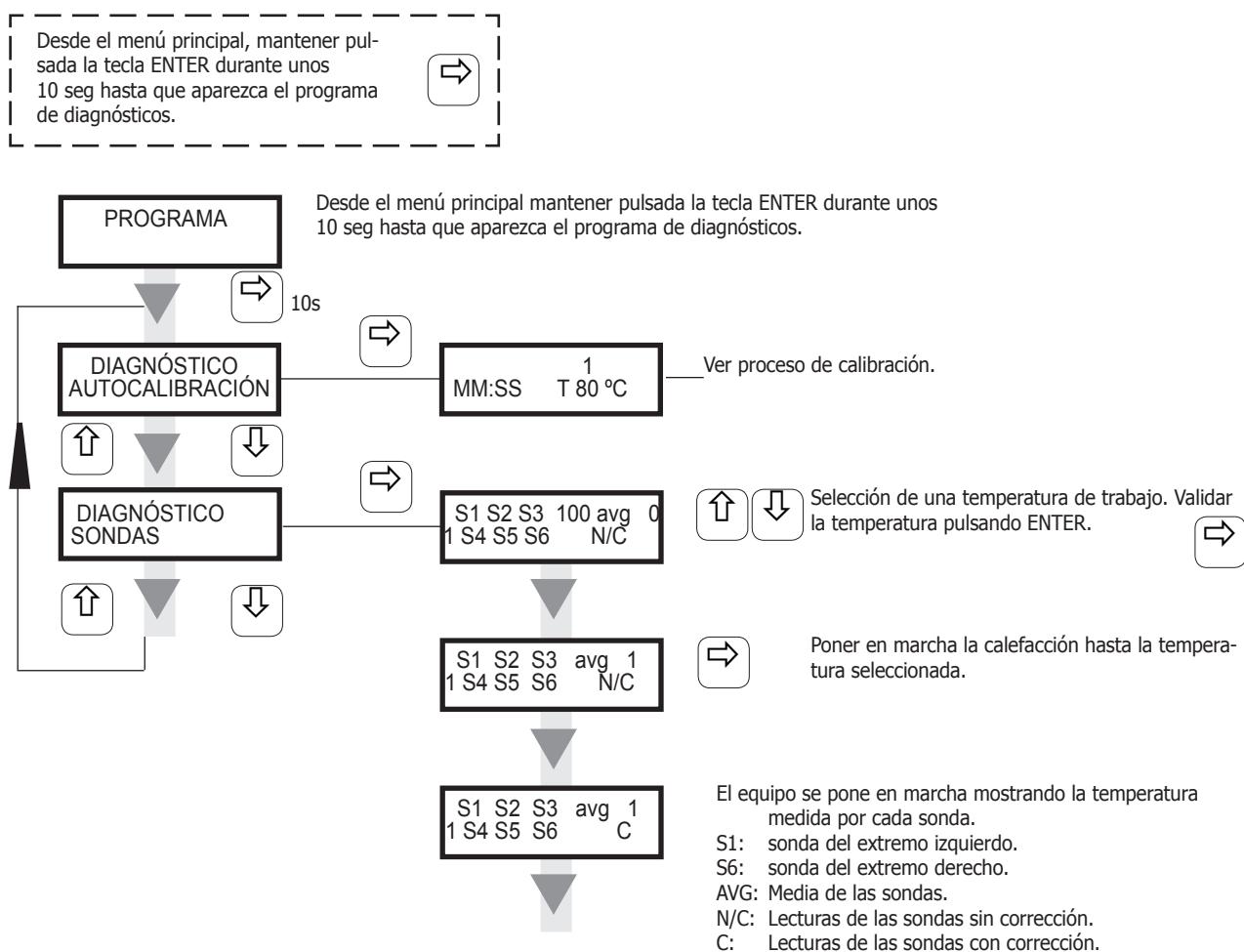
El proceso es el siguiente:

- Al pulsar ENTER, el equipo se pone en marcha durante unos 30 minutos para estabilizar la temperatura de la placa a unos 80°C.
- Al llegar a este punto, emite un pitido repetido, y habrá concluido el proceso de autocalibración.

- **Lecturas sondas:** Esta operación sirve para verificar el funcionamiento de las sondas de temperatura y resistencias calefactoras.

El proceso es el siguiente:

- Seleccionar una temperatura con las flechas Arriba/Abajo. Validar con ENTER.
- Seleccionar con la tecla ESC si las lecturas de temperatura aparecen con corrección (C) o sin corrección (N/C).
- Poner en marcha el equipo pulsando ENTER. (Aparece un 1 en la esquina superior derecha).
- Esperar a que se estabilice a la temperatura seleccionada. Aparece la lectura de cada sonda para evaluarla.
- Detener con ESC. Salir al menú principal pulsando ESC durante algunos segundos.



8.9 Resolución de problemas

1. Fuga de disolvente entre el vaso de aluminio y la junta de la columna extractora

- **Junta deteriorada.** Comprobar que esté plana, sea flexible y esté bien colocada y que sea del material correspondiente al disolvente. Sustituirla.

● **Diferencias de altura entre los vasos de aluminio.**

- Escoger vasos de alturas lo más iguales posible.
- Comprobar que debajo del vaso no tenga suciedad.
- Vaso de aluminio con el borde deformado.

2. Diferencias entre el contenido de grasa de cada muestra

- **Error en el tarado de los vasos de aluminio.**

- Limpiar y secar bien los vasos antes de pesar. Si se numeran, hacerlo antes de pesar.

- **Mala distribución de calor en la placa calefactora**

- Verificar por el menú de diagnósticos que todas las sondas y resistencia calefactoras funcionan.

- **Deficiente contacto entre la placa calefactora y el fondo del vaso de aluminio.**

- Verificar que el vaso no tenga suciedad pegada en la superficie de contacto.

- **Desigual contenido de disolvente**

- Verificar que no existe ninguna fuga de disolvente.
- El contenido de disolvente debe ser como mínimo de 50ml, si es necesario añadir disolvente.

3. El disolvente tarda mucho tiempo en hervir. Poco reflujo de disolvente.

- **Mala distribución de calor en la placa calefactora**

- Verificar por el menú de diagnósticos que todas las sondas y resistencia calefactoras funcionan.

4. El disolvente produce espuma y sube por encima del cartucho de extracción

- **Muestra con demasiado contenido de grasa**

- Tomar muestras menores.
- Vaso de aluminio contaminado con restos de muestras anteriores.
- Muestra con un gran contenido de agua. Secar la muestra durante más tiempo.

5. Cantidad insuficiente de grasa detectada

- **Proceso de extracción mal diseñado.**

- Revisar la preparación de la muestra.
- Revisar tiempos de secado, BOILING y RINSING.
- Elección del disolvente y temperatura de trabajo.

8.10 Listado de ERRORES mostrado en el display

1: LA TEMPERATURA MEDIA NO AUMENTA

Causas: Relé de estado sólido de la placa de potencia, cableado, resistencias/Sondas.

Acción: El equipo avisa y pasa a estado Reposo al cabo de unos segundos.

2: EXCESO DE TEMPERATURA EN UNA SONDA (> 15% T^a media)

Causas: Resistencia/sonda, relé de estado sólido, contenido de disolvente diferente, falta un vaso.

Acción: El equipo avisa.

3: EXCESO DE TEMPERATURA PELIGROSO (>25% T^a programada)

Causas: Relé de estado sólido de la placa de potencia, cableado, resistencias/sondas.

Acción: El equipo avisa y pasa a estado Reposo al cabo de unos segundos.

4: LECTURA DE UNA SONDA NO AUMENTA (Lectura inferior a 50°C, con T^a media > 70°C)

Causas: Resistencias/Sondas.

Acción: El equipo avisa y pasa a estado Reposo al cabo de unos segundos.

5: SUBIDA LENTA DE LA TEMPERATURA (< 80% de la programada transcurrido un tiempo)

Causas: Resistencias/Sondas.

Acción: El equipo avisa.

6: EN ESTADO OFF LA T^a MEDIA NO DESCIEDE

Causas: Relé de estado sólido de la placa de potencia, cableado.

Acción: El equipo avisa y pasa a estado Reposo al cabo de unos segundos.

7: ALGUNA SONDA ESTÁ POR ENCIAM DE 250°C

Causas: Sonda deteriorada, triac de la sonda cortocircuitado.

Acción: El equipo avisa y pasa a estado de reposo de forma inmediata

8: EN ESTADO OFF Y CON TEMPERATURA MEDIA MENOR A 70°C, ALGUNA SONDA ESTÁ POR ENCIMA DE 80°C

Causas: Sonda deteriorada, triac de la sonda cortocircuitado.

Acción: El equipo avisa y pasa a estado de reposo al cabo de unos segundos

9 Especificaciones técnicas

Voltaje de red:	230V 50/60Hz(Ver etiqueta de características) Otros voltajes de red están disponibles. (Consultar)
Potencia eléctrica:	600W (6 plazas) 200W(2 plazas)
Intensidad máxima:	3 A 1.5A
Fusibles:	4 A rápido. dimensiones: 20x5 mm
Cable de conexión a red:	Fase, Neutro, Tierra (sección 1mm ²)
Peso (Neto):	25 Kg 19 Kg
Medidas: Fondo x Ancho x Alto	400x750x700mm 400x450x700 mm
Cartucho de celulosa	Ø exterior 26mm / alto 60mm
Rango T ^a :	80 ... 240°C
Recuperación de disolvente	Mejor del 60% - 80%
Reproductibilidad:	Desviación estandar. Relativa < 1%
Nivel Sonoro:	Inferior a 40 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
Material de vidrio:	Borosilicato 3.3
Material chasis:	Acero con recubrimiento epoxídico RIL-SAN resistente a los agentes químicos.
Material tuberías:	Silicona
Número de programas:	15
Tiempo de extracción "Boiling":	de 0 a 999 min
tiempo de extracción "Rinsing":	de 0 a 999 min
Tiempo de recuperación de disolvente:	de 0 a 99 min

10 Garantía

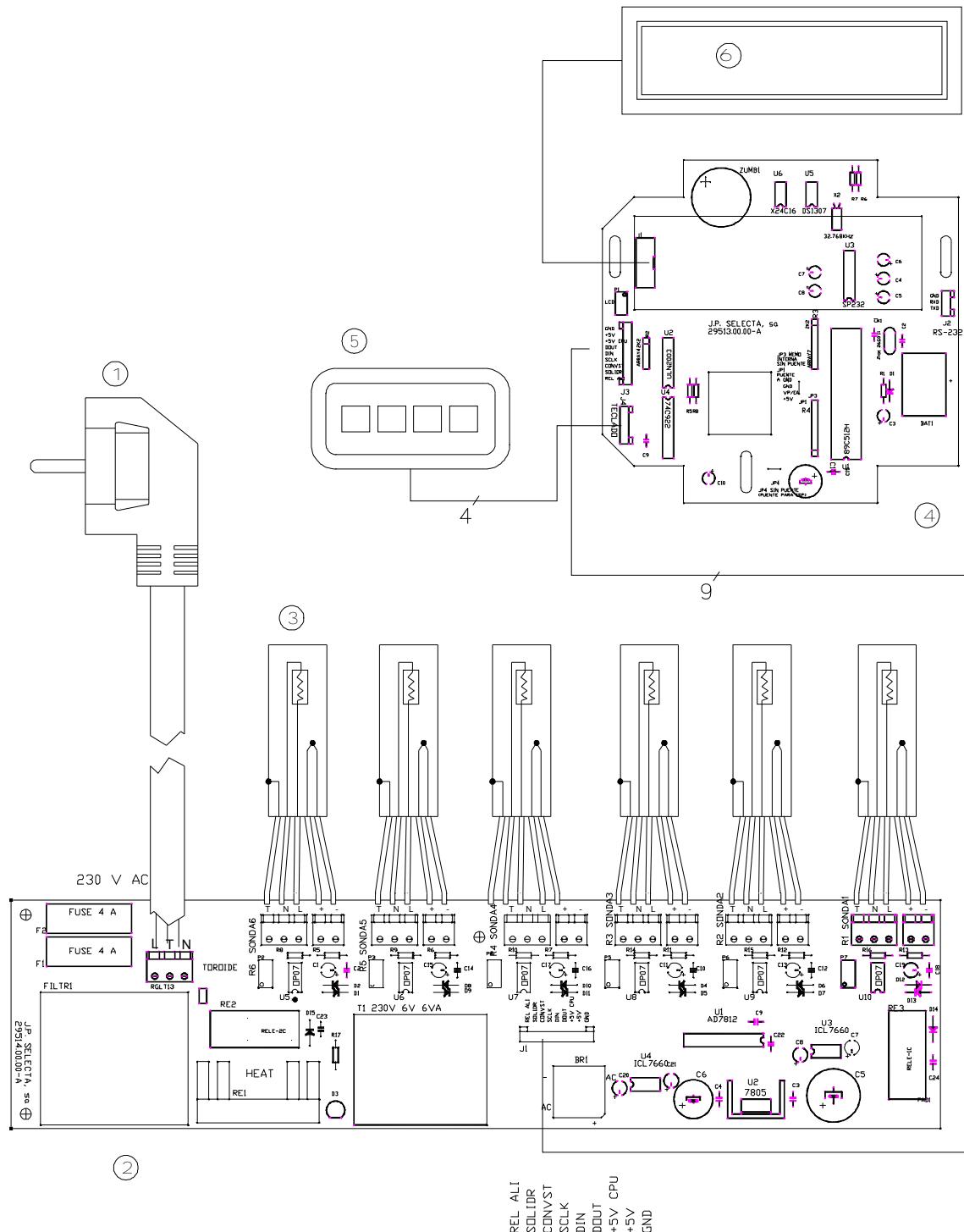
La garantía cubre los componentes defectuosos y los defectos de montaje durante 1 año desde la fecha de compra.

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

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.

11 Esquema del conexionado eléctrico



12 Diseño del proceso

Dependiendo de la naturaleza de la muestra, el proceso de análisis puede variar. Antes de establecer un proceso definitivamente, es necesario realizar una serie de pruebas. Estas deben realizarse con muestras cuyo contenido de grasas sea más o menos conocido. Una vez diseñado el proceso es aconsejable validarla con ejercicios inter-laboratorios.

En general, un proceso de determinación de la grasas, puede tener los siguientes pasos:

1. Toma significativa de las muestras.
2. Homogeneizar, triturar, moler ... la muestra.
3. Pesar las muestras y tarar los vasos. Numerar.
4. Secado de las muestras.
5. Hidrólisis (Opcional)
6. Extracción.
7. Evaporación del disolvente.
8. Pesar y calcular el % de grasa sobre el peso de la muestra.

Una primera orientación sobre el proceso a seguir puede obtenerse a partir de los ensayos oficiales o de ensayos ya diseñados. Aunque estos están diseñados utilizando el método soxhlet clásico son fácilmente modificables para ejecutarlos con el equipo de extracción DET-GRAS. Inicialmente respetar las operaciones descritas en el ensayo fuera de la extracción.

La homogeneización y trituración debe realizarse sin perder grasa durante la manipulación. Para ello conviene preparar una cantidad grande de muestra (Ej:1Kg) para que el efecto de la perdida de grasa sea despreciable.

Otra técnica es triturar la muestra en un recipiente que pueda limpiarse completamente con un algodón impregnado de disolvente para que la grasa perdida en las paredes del recipiente forme parte de la muestra.

En general, en la extracción, la etapa de «Rinsing» debe ser más larga que la de «Boiling», ya que es la etapa propiamente de extracción. La etapa de «Boiling» puede entenderse como de «preparación» para facilitar la extracción.

Normalmente los ensayos con carne aconsejan una hidrólisis previa a la extracción. La hidrólisis complica el ensayo por lo que se puede estudiar las etapas de trituración, secado, extracción para poder evitarla.

La hidrólisis consiste en la eliminación de la materia orgánica hirviendo la muestra en HCl de 3 a 5N. Posteriormente cada muestra se lava por filtración. En el papel de filtro, después de varios lavados, sólo queda la grasa. El papel se introduce dentro del cartucho de extracción y a continuación se introduce en el extractor. Como la grasa está expuesta manifiestamente a la acción del disolvente la extracción es muy rápida y completa.

La hidrólisis puede realizarse con material usual de laboratorio como placas calefactoras, frascos Erlenmeyer, embudos de filtración, papel de filtro,...

Elección del disolvente y de la temperatura de extracción:

Consultar en normas, libros especializados, etc. cual es el disolvente adecuado para la extracción que se quiera realizar. En caso de no tener ninguna información, suele utilizarse el éter de petróleo 60 - 80°C.

También debe tenerse en cuenta que la temperatura de trabajo no estropee la grasa extraída.

Normalmente, utilizar las temperaturas propias del extractor para cada disolvente.

1 Packing list and accessories

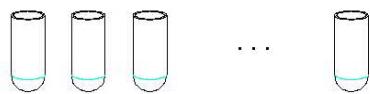
Fig 1. Extraction thimbles Ø_{ext} 26 x 60

Fig 2. Aluminium beakers



Fig 3. Thimble holders

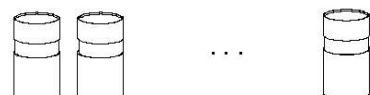


Fig 4. alignment tubes

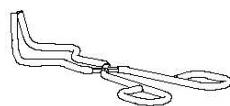


Fig 5. Pinces for beakers handling

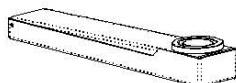


Fig 6. Magnetic pince

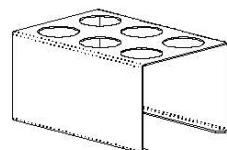


Fig 7. Extraction thimbles rack

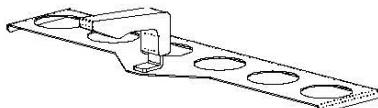


Fig 8. Extraction beaker rack

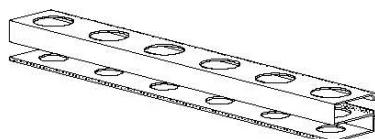


Fig 9. Alignment tubes rack

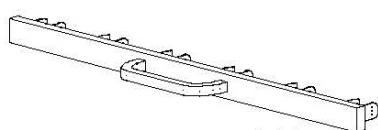


Fig 10. Insertion holder

1.1 Standard package contents 4002842 (6 samples)

Name	Qty	Fig.
• Extraction unit	1	
• Box with 25 celulose extraction thimbles	1 box	(1)
• Aluminium beakers	18	(2)
• Thimble holders	18	(3)
• Alignment tubes	6	(4)
• Pinces for beakers handling	1	(5)
• Magnetic pince	1	(6)
• Extraction thimbles rack (6 p)	3	(7)
• Extraction beaker rack (6 p)	3	(8)
• Alignment tubes rack (6 p)	1	(9)
• Insertion holder (6 p)	1	(10)
• Butyl gaskets set	6	
• Silicone input / output hoses 1/4'	2	

1.2 Standard package contents 4002841 (2 samples)

Name	Qty	Fig.
• Extraction unit	1	
• Box with 25 celulose extraction thimbles	1 box	(1)
• Aluminium beakers	6	(2)
• Thimble holders	6	(3)
• Alignment tubes	2	(4)
• Pinces for beakers handling	1	(5)
• Magnetic pince	1	(6)
• Extraction thimbles rack (6 p)	1	(7)
• Extraction beaker rack (2 p)	3	(8)
• Alignment tubes rack (2 p)	1	(9)
• Insertion holder (2 p)	1	(10)
• Butyl gaskets set	2	
• Silicone input / output hoses 1/4'	2	

1.3 Accessories

• Box with 25 celulose extraction thimbles	9415566
• Aluminium beaker	9405604
• Thimble holder	9405357
• Alignment tubes	9400214
• Pinces for beakers handling	7000532
• Magnetic pince	9405576
• Extraction thimbles rack (6 p)	9405575
• Extraction beaker rack (6 p)	9405574
• Alignment tubes rack (6 p)	9433205
• Insertion holder (6 p)	9433208

2 Safety

The DET GRAS N unit has suitable measures for its use in laboratory. However, the fat analysis method can be hazardous and the user must be informed of some of those risks.

2.1 Hazards

It identifies the risk and the safety actions to be applied.

The symbols make reference to the paragraph marked with a grey line.



Hazard of contact with corrosive and flammable solvents

Hazard of contact with solvents. Follow the instructions for the described operation.



Hazard of electrical shock

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

Follow the instructions for the described operation.



Hazard of burns to be in contact with hot surfaces

Temperature in the heater surface exceeds 60°C. Use the describer tools to perform the operation on the unit.

Do not touch the heater surface and the beakers during and after extraction process.

2.2 Risks to which the operator is subjected

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

- Manipulation of solvents
- Manipulation of glass parts
- Possibility of touching parts hotter than 60°C
- 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 use of the equipment

This equipment is for laboratory use, for sample fat extraction. Mainly in soxhlet analysis.

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

This equipment is NOT designed and not manufactured to work in an explosive ambient area except the ones described on this manual.



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.

In particular, do not operate the unit without the cover on the IP55 waterproof boxes. (Covers for electronics parts)



3 Working principle

The DET-GRAS N is a solvent fat extractor based on the classical «Soxhlet» method.

The units works by electrical heater. All the electrical and electronics are under IP55 protection.

The units includes the following main systems:

The heater

Built from an aluminium heat sink and 2 or 6 heating elements to get an homogenous heater system.

The extraction columns

Designed to yield an efficient fat extraction and to condensate a big rate of the solvent used.

Locking system

It moves the glass columns upwards / downwards and gives a reliable watertight lock between the glassware and the aluminium beakers.

Solvent cycle (See Fig 3.1)

The path that solvent runs into the glass column, yields the sample fat extraction.

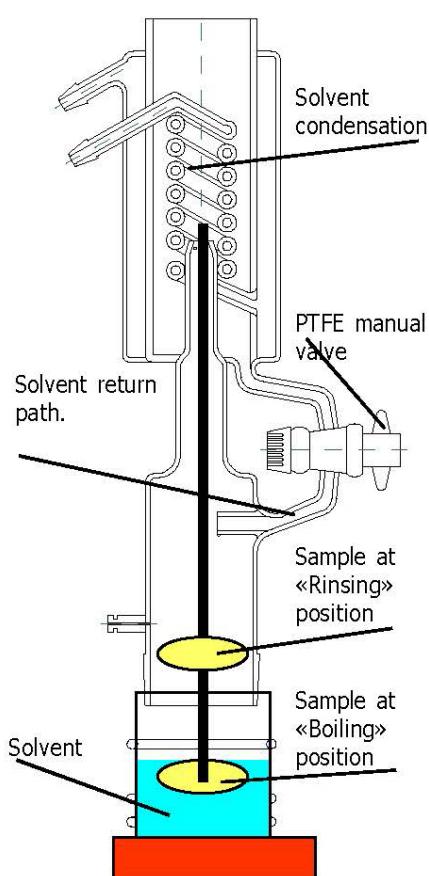
At the beginning the solvent is on the aluminium beaker. Placed at the column bottom.

Due to the heating, the solvent evaporates once the boiling point is reached.

The solvent steam rises, through the sample, to the top of the column.

At the column top there is a double condenser, so the solvent becomes liquid again and returns back to the bottom, through the PTFE manual valve, and falls over the sample, carrying solved its fat.

Fig 3.1 The solvent cycle



When the solvent + fat falls into the aluminium beaker, the solvent is evaporated again, but the fat remains in the beaker.

After a few cycles, it is expected that all fat from the sample is moved into the beaker.

If the PTFE manual valve is closed, the solvent is retained at the top of the column. This step is called «Solvent recovery».

The sample can be placed in two positions:

- Top position. On this position the sample is placed at the solvent steam action and also at the solvent drops that come from the top of the column. This position is called «Rinsing».
- Down position: On this position the sample is immersed under the boiling solvent. This position is called «Boiling».

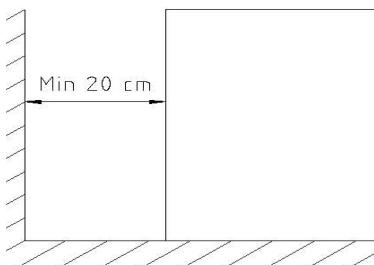


Fig 4.1.1: Free space on the rear part

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 than 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.

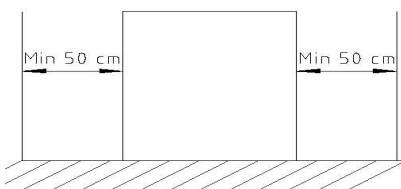


Fig 4.1.2: Free space to let on both sides

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 specifications.

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

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

4.3 Connection to tap water and waste (Fig 4.3)

Connect the water entry hose to a water tap (E). Connect the water output hose from (S) to waste.

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

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

Water pressure and temperature must be enough to cool the condensers. High cooling water temperatures lead to a poor condensation of the solvent.

4.4 Selecting the locking gasket

The unit is supplied with 2 sets of gaskets. One set is made from VITON and the other from BUTYL. The VITON ones are factory assembled.

Note: Take care to not mix the gaskets. If the gasket material and the solvent are no compatible, it will deteriorate in a short time.

Assembly the suitable gaskets according to this table:

Compatibility between solvent and gaskets material



Fig 4.3: Inlet and outlet water connections

Solvent	T ^a (°C)	Viton	Butyl
Acetone	130 - 150	*	*
Acetonitrile	140 - 160	*	*
Carbon Tetrachloride	120 - 185	*	
Chloroform	100 - 140	*	
Cyclohexane	140 - 180	*	
Dichloromethane	100 - 130	*	
Ether di-ethyl	80 - 100	*	
Dioxane	180 - 200		*
Ethyl acetate	150 - 180		*
Hexane	140 - 155	*	
Petroleum Ether 40-60	100 - 135	*	
Petroleum Ether 40-60	120 - 160	*	
Toluene	200 - 220	*	
Trichloroethylene	150 - 180	*	

5 Operation

The control panel allows function selection and shows the unit status.

The DET-GRAS N does not have main switch. After plugging the unit, it starts to operate. By pressing «ESC» key from the main menu, the unit goes to "Sleep" status (Similar as when you stop the TV with the remote control).

Press any key to restart the unit.

Note: For a long time of no operation, please unplug the unit from mains.

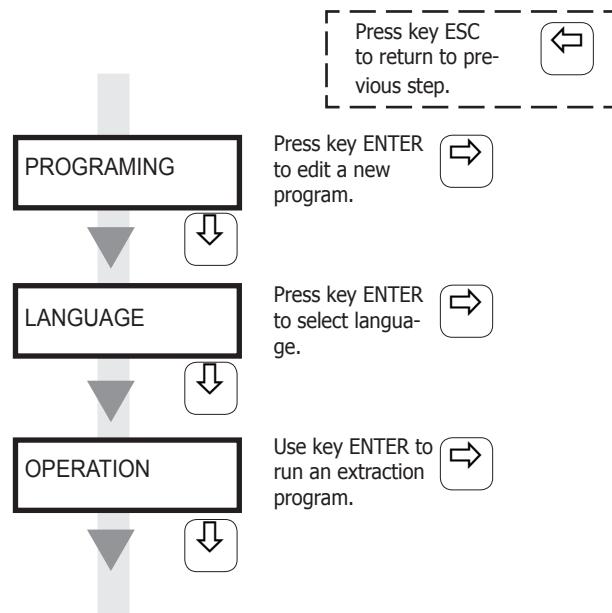
5.1 Control panel

Figure 5.1 shows the DET GRAS N control panel that has an LCD display and 4 keys.

The control software has this main menu:



Fig 5.1 Control panel.

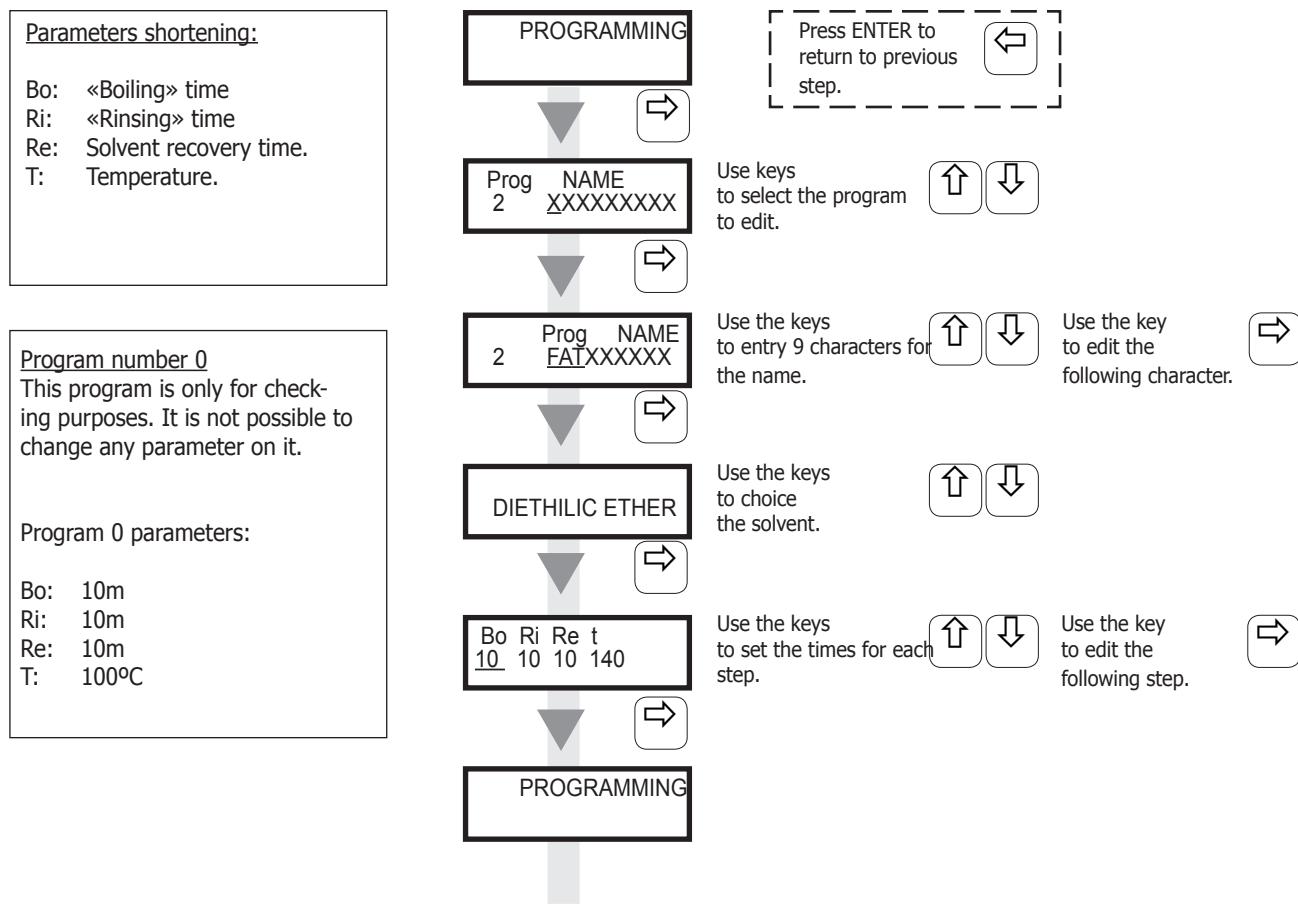


5.2 Programming

To perform a fat extraction with DET GRAS N, a program must be used. Up to 15 programs can be stored, in order to be used on a different extraction process.

A program has the following parameters:

- Program Name: 9 characters name. Choice a name that will be useful to remember, for example the type of sample.
- Solvent: On depending the solvent chosen, it automatically sets the heating temperature. This avoids the danger of using a temperature that could be dangerous according to the solvent used.
- «Boiling» time: Time (minutes) that the sample will remain immersed under the boiling solvent.
- «Rinsing» time: Time (minutes) that the sample will be under the action of the solvent steam and the condensed one.



Working with different temperatures

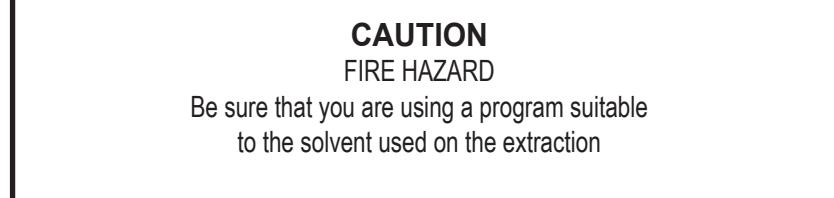
In order to avoid dangerous situations, the DET GRAS N sets automatically the extraction temperature for any solvent, it can not be modified.
(The most used solvents have been taken into account)

This avoids the dangerous to work at temperatures near to auto ignition solvent point.

However, if you need to change this temperature it can be changed.

To do it, when the solvent list is showed select the last one: "FREE"

5.3 Running a program



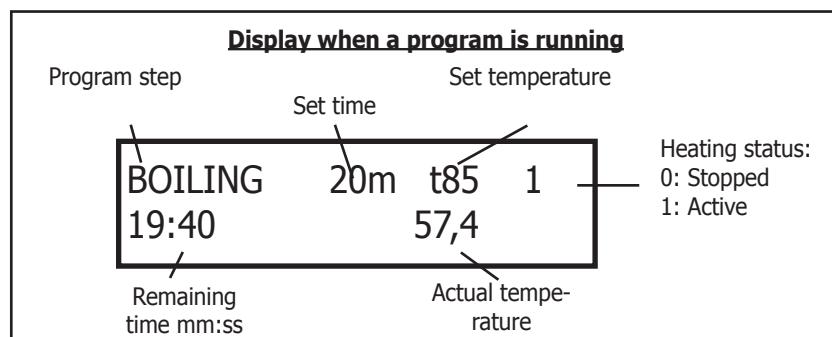
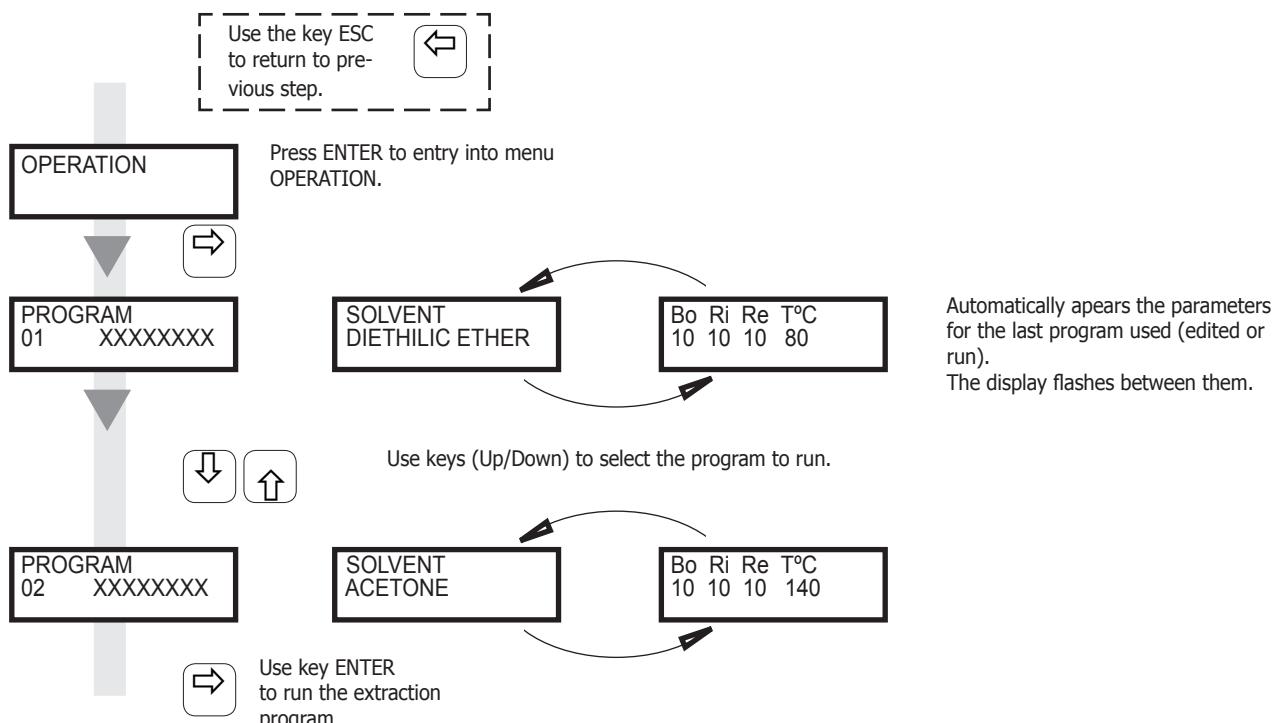
To run a program:

- Open the water tap for coolant water.
- Select the menu «OPERATION» to run an stored program. See 5.2.
 - Bear in mind that program number "0" is only for checking purposes.
 - After «OPERATION» is selected, the first program shown on the display is the last program used or edited.
 - To start a program, press key ENTER/START and could be stopped at any time by pressing key ESC/STOP.
- The program initiates the «BOILING» step, so place the thimbles on the low position (See 5.5). Once the «BOILING» step finished, the unit makes some BEEP and the display flashes.



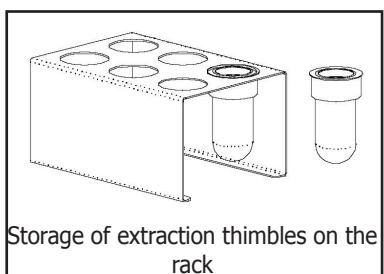
**Do not let the unit completely unattended.
Pay attention to the end of each step to change, at time,
the extraction thimbles position.**

- The unit jumps directly to «RINSING» step. Move the thimble to the up position. Once the «RINSING» time finishes, the unit makes some BEEP and the display flashes.
- The unit jumps directly to «RECOVERY» step. Close the PTFE manual valves for solvent recovery. Once the «RECOVERY» time finishes, the unit makes some BEEP and the display flashes.





Mounting the thimble holder



Storage of extraction thimbles on the rack



5.4 Sample and manual valves position

On each program step: , the sample position must be changed and also the PTFE manual valve. These changes are not automatic, they must be done manually.

At the end of each step a beep sounds and the display flashes.

Note: The device automatically changes phase. At the end of the «Boiling» phase, it automatically goes to «Rinsing» and the same happens with «Solvent recovery».

This table, summarizes the sample positions and manual valves on each step:

Step	Sample position	PTFE valves
Boiling	Down	Open
Rinsing	Up	Open
Recovery	Up	Closed

5.5 Up / Down the sample into the column

Use the side knobs to move the sample up and down.

Place to the up position to:

- Insert the sample (thimble) to the unit
- Run «Rinsing» step.

Place to the down position to:

- Remove the sample (Thimble).
- Run «Boiling» step.

5.6 Mounting the extraction thimbles

Each extraction thimble must be mounted to a thimble-holder. It is made from a magnetic steel which allows hanging it on the column magnet.

- Clean the thimbles (if reused) with ether or some other degreassing solvent.
- Insert each thimble to a holder. Be sure to well tight.
- Use latex gloves to not add fat from your hands on the sample.
- Store it on the rack.

Note: Along the process. Use gloves, pinces or tongs to not add fat from your hands to the extraction thimbles.



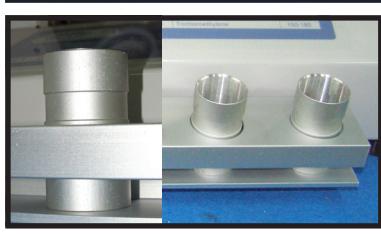
1

5.7 Inserting the extraction thimbles into the unit

With the package comes a set of accessories that must be used for thimble manipulation and to insert all sample together into the extractor.

- Place the column magnets to the Up position (See 5.5).
- 1. Hang on the «Alignment tubes rack» on the front side of unit.
- 2. Place the «alignment tubes» into the «Alignment tubes rack» holes.
- 3. Place the «extraction thimbles» into the «alignment tubes».
- 4. “Catch” the «alignment tubes» with the «insertion holder».
- 5. Place the «insertion holder» under the columns.
- 6. Take down the magnets until you capture the extraction thimbles.
- 7. Raise the magnets (that carries the thimbles).
- 8. Remove «Insertion holder».

The thimbles are ready to the extraction.



2



3



4



5.8 Inserting the beakers

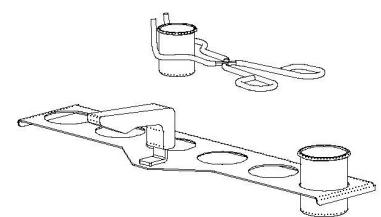
The aluminium beakers collects the extracted fat from the sample. They are placed at the bottom of each column.

The locking system, between the beaker and the column is made by a gasket (Viton or Butyl) (See 5.3).

The operation to place the beakers must be done with care, because a wrong placement can damage the gaskets and produce solvent leakage.

Placing the beakers:

- Fit the beakers into the «Beakers rack».
- Used the side knob to raise the extraction thimbles.
- Place the «Beakers rack» under the glass columns.
Press down the locking lever, and, at the same time, align the beakers and check that all fits under the white part of each column.
- Press the locking lever until it becomes engaged.
- To release the lever, pull the lever lock.

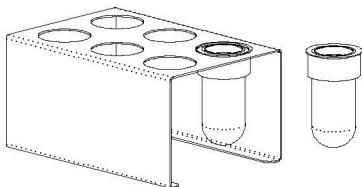


Placing beakers into the beaker rack.





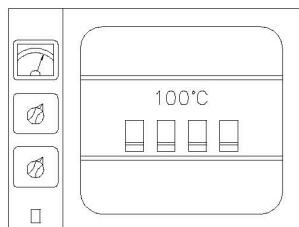
Mounting the extraction sample.



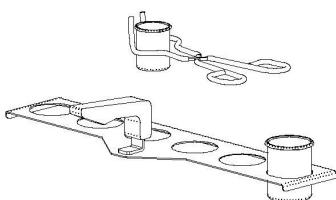
Storing the extraction thimble on the rack



Handling the extraction thimbles.



Dry the sample around 105°C



Beakers handling

6 The fat extraction process

The fat extraction process includes the following steps:

1. Sample preparation.
2. Sample dry.
3. Beakers weighting.
4. Inserting samples to the extractor.
5. Placing aluminium beakers and solvent to the extractor.
6. «Boiling»
7. «Rising»
8. Solvent recovery step.
9. Evaporation solvent step

6.1 Sample preparation

The fat extraction by a solvent (Soxhlet) is efficient when the solvent can reach all the points of the sample. For this reason if the sample is triturated, the extraction will be more efficient. However, you must have in mind, that this operation can loose fat, that remains sticked on the mill walls. To minimize this error prepare at least 500gr of sample.

Weigh approx. 3 grams of sample. If it is necessary, crush or grind the sample (always after weighing it) clean off the crusher receptacle with some cotton wool soaked in solvent, to ensure there is no fat left in the bottom.

Place inside the extraction cartridge (thimble) the sample and the cotton wool used to clean off all the fat.

Clean the thimbles with ether or some other degreasing solvent and insert them in the extraction cartridges. Place them into the support rack.

To work accurately, during the manipulation of the cartridges it is advisable not to touch the cartridge with your fingers as grease from your hand could affect the result. It is recommended that rubber gloves and tongs be used.

Depending on the sample type perform a hydrolysis. (See application notes)

6.2 Drying the sample

It is frequently advised to dry the sample at 105°C for 1 to 24 hrs, according to the amount of water in the samples. Place the samples in the rack into the oven.

This stage can take a considerable amount of time. Depending on the sample type it can be omitted. To determine if drying is necessary, several assays with and without drying should be performed to determine any variation. If the results are similar, no drying process is required for similar samples.

If the samples are not being assayed immediately, it is recommended that they are stored in a desiccator.



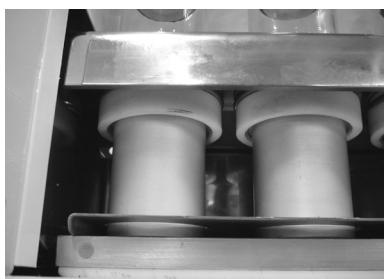
Extraction thimbles ready to insert into the extractor.



Placing thimbles on the extraction unit.



Placing the beakers on the extraction unit



Right position for beakers

6.3 Weighing the beakers

The aluminium beakers should be clean, dry and free of fat. It is recommended to wash them with degreaser and volatile solvent to ensure they are dry.

Once clean, handle them with latex gloves or tongs.

Number the beakers with an indelible marker.

Accurately weigh (advisable to 0.0001 g) each beaker and record the result.

Place the beakers and the rack «beaker rack».

6.4 Placing the samples in the extractor unit

Insert the «insertion holder» with the «alignment tubes» and the extraction thimbles on the cut out profile in the front of the extraction unit.

Place in the rack «tubes support-cartridges»

With the help of the «magnetic clip» transfer the cartridges of the «extraction thimbles rack» to the «alignment tubes».

In the extraction unit locate the levers of each column into position «RISING».

With the «insertion holder» grab the «alignment tubes» and introduce them into the extraction unit taking care that each cartridge adheres to the magnet on each column.

6.5 Placement of the beakers and Solvent into the extractor

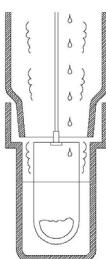
In the extraction unit, place the magnets of each column in position «RINSING» (Up)

Add into each aluminium beaker 50ml of Solvent.

By means of the «beaker rack», introduce the beakers under each column. Lower the lever and at the same time align the beakers so that they are inserted under the piece of white Teflon of each column (See 5.8).

The unit is now ready for the extraction.

From this point, the solvent cycle begins: boiling - evaporation - condensation, subjecting the sample to the action of the solvent (in a gaseous or liquid state) extracting the fat from the sample into the aluminium beaker.



On the «Boiling» step the sample is immersed under the solvent.



On the «Rinsing» step the solvent drags the fat from the sample.



PTFE manual valve position for solvent recovery

6.6 Boiling phase

Place the magnets+thimbles of each extraction column at «BOILING» position.

In this position the samples are immersed under the boiling solvent. This phase accelerates the extraction process. However depending on the nature of the sample a longer «boiling» time may be required which also requires a longer «Rising» time.

A typical time for this phase is 30 - 45 minutes.

This time can be shortened if after several trials with less time provide the same results as the original longer period.

6.7 Rising phase

Place the magnets+thimbles of each extraction column into the «RINSING» position.

In this position the samples are subjected to the solvent vapours and to the liquid solvent condensed from the cooled reflux column. This phase is usually longer than the «BOILING» phase.

A typical time for this phase is 40 - 60 minutes.

This time can be shortened if the same results can be obtained with a reduced time.

6.8 Solvent recovery phase

Rotate to the horizontal position the Teflon key of each column.

In the extraction unit, make sure that the extraction cartridges are in the «RINSING» position.

In this phase, the solvent that comes from the condenser does not go back into the aluminium beaker but it is retained in the upper part of the collar.

A time of 10 to 30 minutes is enough to recover the 50ml of solvent.

The conclusion of this phase is that the aluminium beakers only contain the fat extracted from the sample.

6.9 Solvent evaporation phase and weighting

As this is a gravimetric method, any rests of solvent that remain into the beaker, after the extraction, will count as fat.

So it is important to guarantee the absolute absence of solvent on the beaker after extraction.

To do it first, remove the beakers with the beaker rack and dry in an oven at 105°C for 15 minutes (Raise the locking lever, to extract the aluminium beakers).

Weigh them. The increment difference in weigh is the weigh of the extracted fat.

6.10 Solvent adding

Extra volume of solvent can be added during the extraction process. Use a syringe to add solvent from the top of the glass column.



Adding extra solvent

7 Checking the unit (OQ)

Once the user knows how the unit works, proceed to check it. This operation is known as Operation Qualification (OQ).

There are two levels of qualification:

7.1 Functional checking

This checking is without solvent. Do not place any beaker and thimble into the extractor.

Diagnostics utility (See chapter 9) can be used for this functional check.

Set a temperature of 100°C and verify that the temperature of the heating surface stabilizes at about 100°C ± 10°C, it remains stable and is uniform throughout the surface.

7.2 Solvent recovery checking

This OQ operation measures the solvent recovery rate.

- Prepare 2 or 6 aluminium beakers (on depending equipment model)
- Measure with a cylinder 50ml of solvent, for each beaker.
- Insert the beakers on the DET GRAS N.
- Run a P0 program. If done with another solvent, the recovery time may vary, becoming necessary in some cases up to 30 minutes:

Temperature:	According to solvent used.
Boiling:	15 minutes.
Rinsing:	15 minutes.
Recovery:	10 minutes.

- Let the unit get cold for 20 minutes.
 - Let PTFE manual valves close.
 - Let coolant water open.
- Remove the beakers set.
- Insert another cold set of aluminium beakers.
- Open PTFE manual valves. All solvent must fall into the beakers.
- Measure the volume of solvent recovered on any beaker (Use a cylinder). Work quickly to avoid solvent evaporation.
- Calculate the recovery rate:
$$R(\%) = V_2 / V_1 * 100$$
- Normal recovery values are above 50 %.



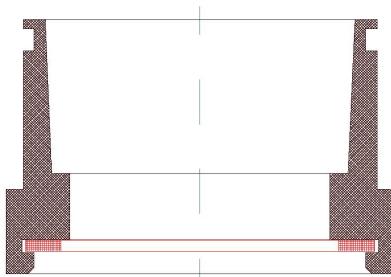


Fig 8.1 Gasket

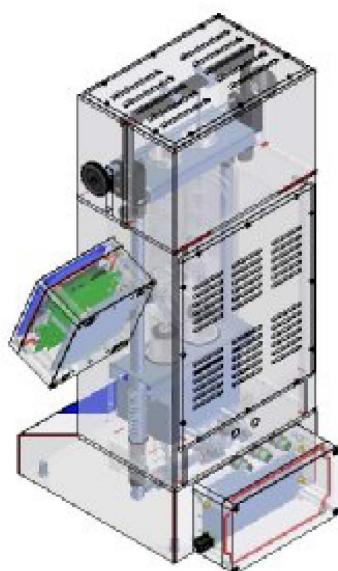
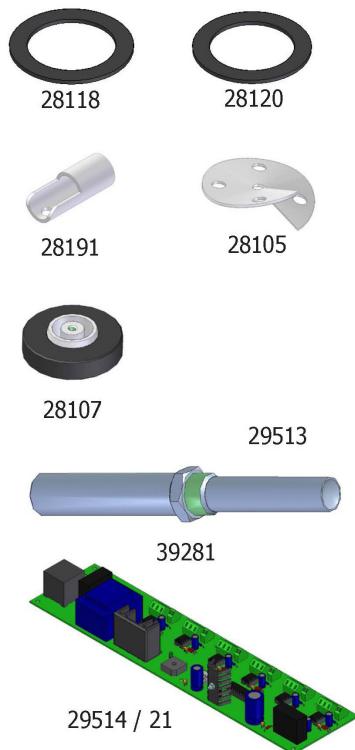


Fig 8.2 Remove the 4 screws to open the IP65 box and change the fuse.

**CAUTION**

Before any work inside the equipment, disconnect it from the mains

**8.7 Spare parts**

For repair and replace deteriorated parts, please contact 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.

- 28105** PTFE condensation disk.
- 28107** Magnet for extraction thimble.
- 28118** VITON gasket.
- 28120** BUTYL gasket.
- 28191** PTFE spout.
- 29513** Control board.
- 29514** 6 places power board.
- 29521** 2 places power board.
- 39281** Heating element 100W 230V.
- 46041** Silicone 8x14 hose
- 47049** Glass extraction column.



47049

8.8 Diagnostics menu

The DET GRAS N includes a menu to identify any problem with the measure and temperature controller.

This operation serves to homogenize the temperature of the different equipment internal probes.

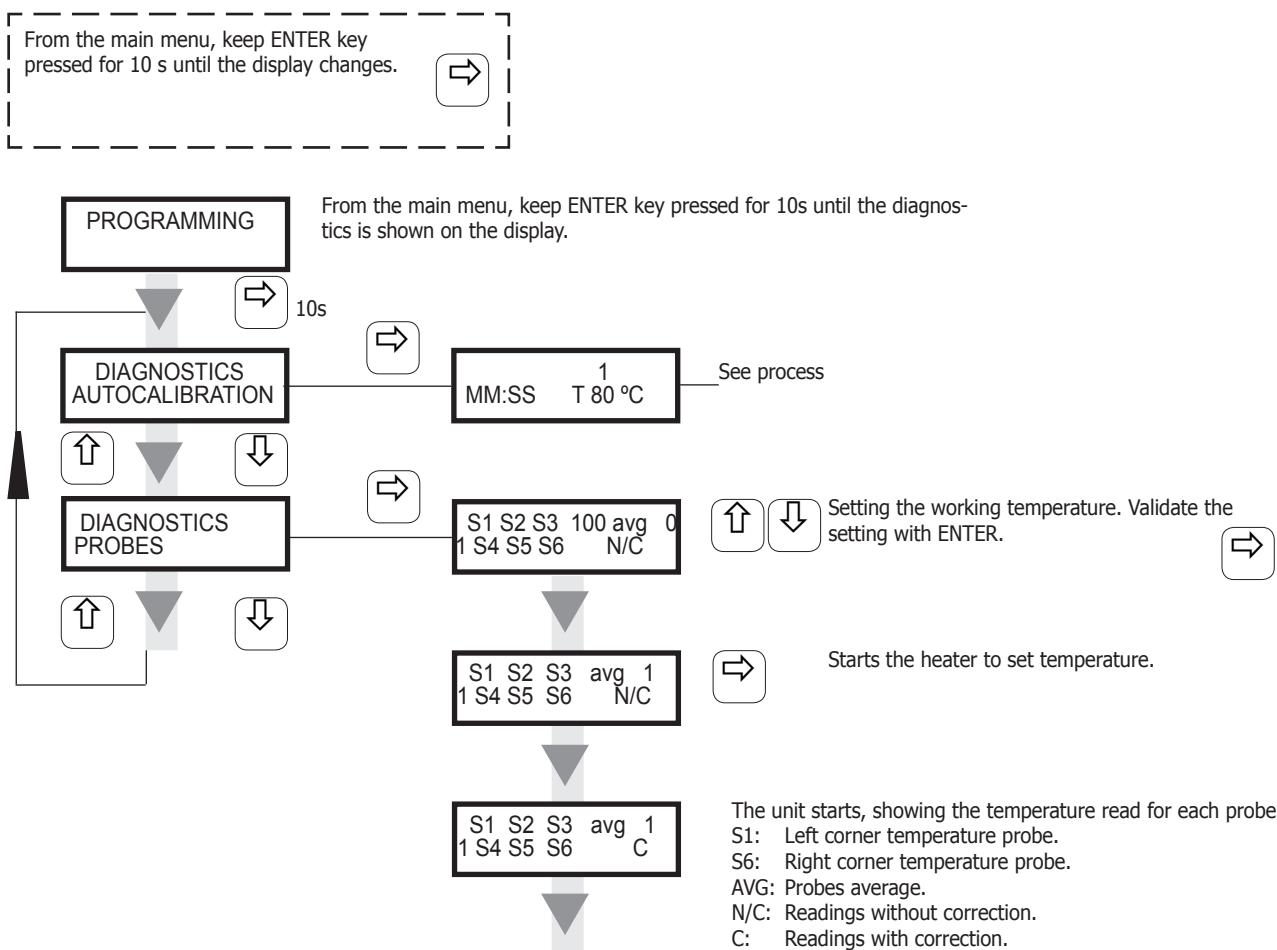
- **Auto-calibration:** This operation allows heater surface temperature calibration against an external thermometer. (It must be provided with a suitable probe for surface measurement).

The process is as follows:

- On pressing ENTER, the unit starts for near 30 minutes to stabilize the temperature around 80°C.
- When this point is reached, a repeated beep sounds and the self-calibration process will be over.
- **Probes reading:** Use this operation to check the temperature probes and the heating elements.

The process is as follows:

- Set a working temperature using the Up/Down keys. Validate with ENTER.
- Toggle with the ESC key if the readings are shown with (C) or without (N/C) the correction.
- Start the unit by pressing ENTER (a "1" is shown on the up right display corner).
- Wait until the set temperature stabilizes. The reading of each probe appears on the display.
- Stop with ESC. To return to the main menu, keep ESC pressed for a few seconds.



8.9 Problem solving

1. Solvent drain from between the seal and the aluminium beaker.

- **Damaged gasket.** Check that it looks flat not rippled, flexible and is well placed, and that it is solvent-related material.
- **Differences of height between the aluminium beakers.**
 - Use beakers of similar height.
 - Check that the top of the beaker is dirt free.
 - Check that the top edge of the beaker is not deformed.

2. Negative fat determination

- **Error in weighting of the aluminium beaker.**
 - Clean and dry the beakers before weighing them. Number the beakers before weighing them.
- **Uneven heat distribution through the surface heater.**
 - Use the diagnostics menu to check that all probes and heating elements work.
- **Faulty contact (heat transfer) between the beaker bottom and the heater.**
 - Check that the beaker does not have any dirt on the contact surface.
- **Unequal solvent content**
 - Check for solvent leakages.
 - Solvent contents should be 50ml at least, if necessary add solvent.

3. Solvent takes a long time in boiling.

- **Uneven heating on the heater surface.**
 - Use the diagnostics menu to check that all probes and heating elements work.

4. The solvent produces foam over the top of the extraction cartridge.

- **Sample with too much fat contents**
 - Reduce sample size
 - The aluminium beakers have fat residue from previous tests.
 - Sample with a high water content. Dry the sample for longer.

5. Insufficient fat quantity detected.

- **Lack on the process design.**
 - Check sample preparation.
 - Check times to drying, BOILING and RINSING.
 - Choice the solvent and working temperature.

8.10 Error message on the display

ERROR 1: AVERAGE TEMPERATURE DOES NOT GO UP

Causes: Solid relay on power PCB, wiring, heater / temperature probes.
Action: Error message on the display and disconnection to sleep status.

ERROR 2: OVERTEMPERATURE ON A TEMPERATURE PROBE (> 15% average T^a)

Causes: Solid relay on power PCB, heater/temperature probes, differences on solvent volume, beaker ausence.
Action: Error message on the display.

ERROR 3: DANGER OVERTEMPERATURE (>25% T^a set)

Causes: Solid relay on power PCB, wiring, heater / temperature probes.
Action: Error message on the display and disconnection to sleep status.

ERROR 4: PROBE READING DOES NOT GO UP (Reading < 50°C, with T^a avg > 70°C)

Causes: Heater / temperature probes.
Action: Error message on the display and disconnection to sleep status.

ERROR 5: TEMPERATURE GROWS TO LOW (< 80% set temperature after a few minutes)

Causes: Heater / temperature probes.
Action: Error message on the display.

ERROR 6: IN STAND-BY STATUS, AVERAGE TEMPERATURE DOES NOT GO DOWN.

Causes: Solid relay on power PCB, wiring
Action: Error message on the display and disconnection to sleep status.

ERROR 7: SOME PROBE IS ABOVE 250°C

Causes: Probe damaged, triac of the shorted probe.

Action: The device warns and goes to rest immediately

ERROR 8: IN OFF STATE AND WITH A MIDDLE TEMPERATURE LESS THAN 70°C, SOME PROBE IS ABOVE 80°C

Causes: Probe damaged, triac of the shorted probe.

Action: The device warns and goes to sleep after a few seconds

9 Technical specification

Mains voltage:	230V 50/60Hz
(See plate)	Other power supply voltages could be available (Ask to your dealer)
Electrical power:	600W (6 places) 200W (2 places)
Maximum consuption:	3 A 1.5 A
Fuses:	4 A fast, dimensions: 20x5 mm
Power supply cord:	Phase, Neutral, Earth (section 1mm ²)
Weight (Net):	25 Kg 19Kg
Dimensions: W x L x H	400x750x700 mm 400x450x700 mm
Thimbles size	External diameter 26mm /height 60mm
Max working temperature	80 to 240°C
Solvent recovery:	Better than 60% - 80%
Reproducibility:	Relative Standard deviation)< 1%
Sound level:	Lower than 40 dBA
Protection degree:	IP55
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
Glass material:	Borosilicate 3.3
Carriage material:	Iron with overlap with RILSAN coating chemical resistant.
Hosepipe material:	Silicone.
Number of programs:	15
"Boiling" extraction time:	from 0 to 999 min
"Rinsing" extraction time:	from 0 to 999 min
Solvent recovery time:	from 0 to 99 min

10 Warranty

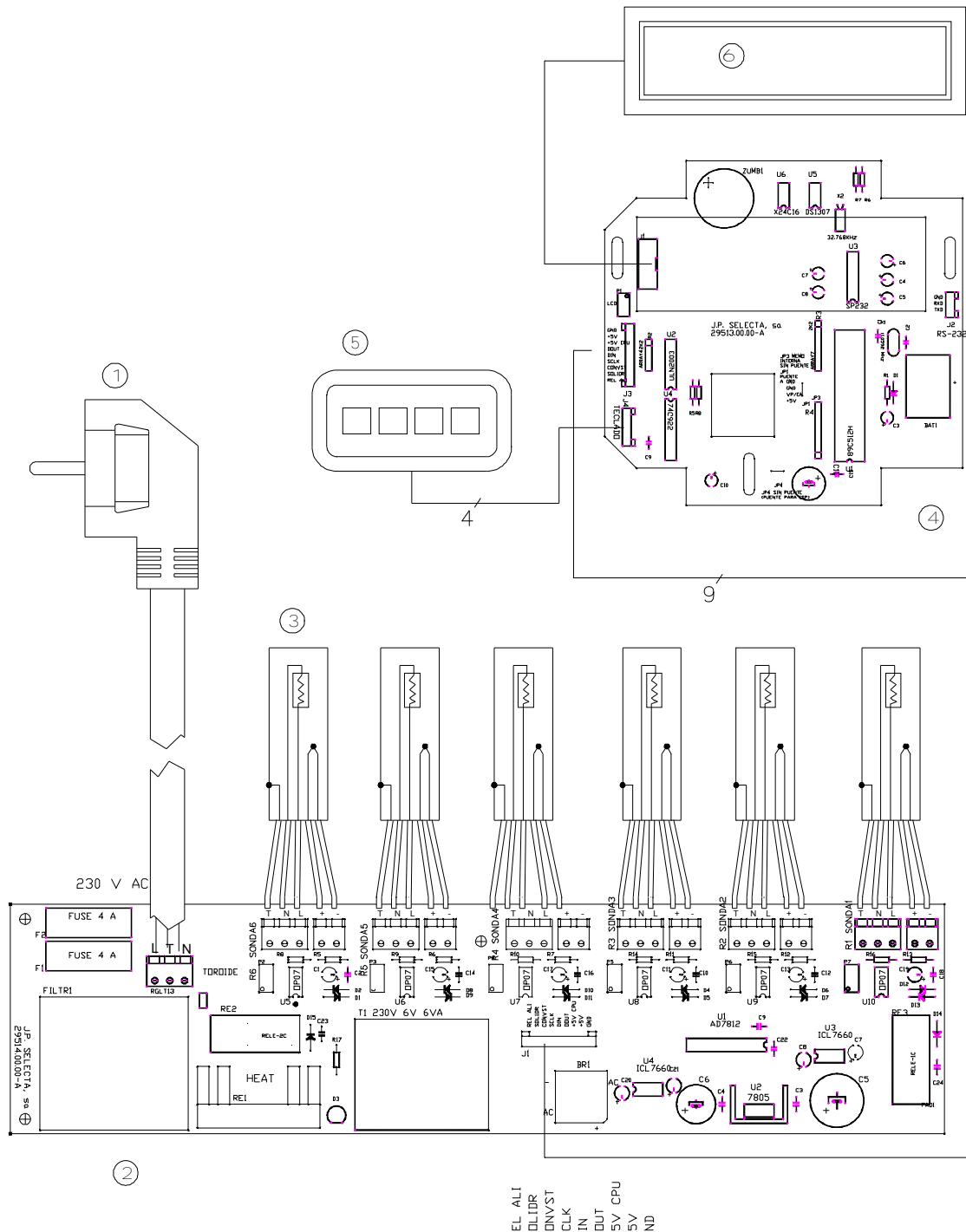
The warranty covers the defective components or faulty assembling of the unit for 1 year since the purchasing date.

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

The warranty does not cover the damages caused for the 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.

11 Electrical wiring diagram



12 Process design

The analysis process can vary depending on the nature of the sample. Before a process can be established, it is necessary to carry out a series of tests of known fat determinations. Once the process is designed, it is advisable to validate it with inter-laboratory exercises.

The following steps show the general process for the determination of fats:

1. Representative sampling of the samples
2. Homogenize, grind, grind ... the sample
3. Weigh the samples and tarnish the glasses. Number them.
4. Drying of the samples
5. Hydrolysis (optional)
6. Extraction
7. Solvent evaporation
8. Weigh and calculate the fat% on the sample weight

A first guidance on the process to follow can be obtained from the official tests or trials already designed. Although these are designed using the classic soxhlet method they are easily modifiable to execute them with the DET-GRAS extraction equipment. Initially, respect the operations described in the test outside the extraction.

Homogenization and grinding must be carried out without losing fat during handling. For this, it is advisable to prepare a large sample quantity (Ex: 1Kg) so that the effect of fat loss is negligible.

Another technique is to crush the sample in a container that can be completely cleaned with a solvent impregnated cotton so that the lost fat in the walls of the container is part of the sample.

In general, in the extraction, the "Rinsing" phase must be longer than "Boiling", since it is the proper stage of extraction. The "Boiling" phase can be understood as "preparation" to facilitate extraction.

Normally the meat tests recommend a hydrolysis prior to extraction. Hydrolysis complicates the test so you can study the steps of crushing, drying, extraction to avoid it.

Hydrolysis consists in the removal of organic matter by boiling the sample in HCl from 3 to 5N. Subsequently, each sample is washed by filtration. In the filter paper, after several washes, only fat remains. The paper is inserted into the extraction cartridge and then inserted into the extractor. Since fat is manifestly exposed to the action of the solvent extraction is very fast and complete.

Hydrolysis can be carried out with usual laboratory material such as heating plates, Erlenmeyer jars, filtration funnels, filter paper, ...

Choosing the solvent and the extraction temperature:

Check in standards, specialized books, etc. which is the appropriate solvent for the extraction that is wanted to carry out. In case you do not have any information, oil ether is used 60-80°C.

It should also be taken into account that the working temperature does not spoil the extracted grease.

Normally, use the extractor's own temperatures for each solvent.

