

**PROCEDIMENTO OPERACIONAL PADRÃO
ORIENTAÇÕES DE USO DE EQUIPAMENTOS**

**DESTILADOR DE NITROGÊNIO
MARCONI - MODELO: MA-036**

	NOME	DATA
ELABORAÇÃO	Júlia Dias Cruz	30/04/2024
REVISÃO	Aline Vaz da Silva	03/05/2024
ATUALIZADO POR	-	-

DESTILADOR DE NITROGÊNIO

MARCONI

Modelo: MA-036



[A] PRECAUÇÕES

- Nunca acione a chave de aquecimento sem água na caldeira.
- Verifique se ao adicionar água na caldeira os leds de máximo e mínimo estão acendendo. Em caso negativo, adicione ao barrilete de água destilada uma pitada de NaCl ou KCl.
- Sempre verifique o led verde de mínimo. Se estiver apagado, deve-se preencher a caldeira com água destilada.
- Não derrame soda pelas bordas do copo de soda ao encher.
- Sempre verifique através da vigia frontal se não está passando líquido de destilação pela última bola de Kjeldahl. Se estiver, diminua a potência da resistência da caldeira através do botão de aquecimento. O mesmo deve ser feito caso o erlenmeyer esteja se aquecendo.

[B] MODO DE USO

Nota 01: Na figura 1 (p. 4) é demonstrado a identificação dos constituintes do equipamento. As identificações são utilizadas ao decorrer do procedimento abaixo.

1. INSTALAÇÃO

1.1. Coloque um barrilete com água destilada em um nível superior ao destilador, conectando uma mangueira entre a torneira do barrilete e a entrada do destilador (21).

1.2. Verifique se a caldeira foi totalmente preenchida, através do visor em (1).

Nota 02: Caso a caldeira não tenha se preenchido totalmente, o usuário deverá pressurizar o barrilete ou colocá-lo em um nível mais acima.

1.3. Na entrada de água (20), conecte uma mangueira ligando à rede de água para refrigeração do condensador.

- 1.4. Verifique se os leds de nível (mínimo e máximo) acenderão quando o nível da caldeira estiver completo (8 e 9). Se isso não ocorrer, adicione ao barrilete de água destilada uma pitada de NaCl ou KCl.
- 1.5. Em (22), conecte uma mangueira (sem dobras) com o objetivo de descarte em pia.
- 1.6. Em (23), mantenha conectada a tampa que vem de fábrica.
- 1.7. Em (24), conecte uma pequena extensão de mangueira, somente para aliviar a caldeira com contração quando desligada.

2. OPERAÇÃO

Nota 03: Nesse POP serão descritos apenas procedimentos acerca do equipamento de destilação de nitrogênio. Para verificar o manejo do digestor, verificar o POP apropriado deste equipamento (POP Bloco Digestor MARCONI MA4025 ou POP Bloco Digestor QUIMIS Q.327A242).

- 2.1. Antes de conectar o aparelho à rede elétrica, verifique se as chaves geral (12) e aquecimento (13) estão desligadas. Verifique também se o botão em (10) está totalmente na posição de mínimo.
- 2.2. Conecte o equipamento na rede elétrica de tensão 220V e ligue o equipamento na chave geral (12), verificando se a luz interna de trabalho acendeu, bem como o led em (7).
- 2.3. Abra a torneira da rede de água da rua. Aguarde até que a água flua pela mangueira e saia pelo descarte em (22).
- 2.4. Acione a chave de enchimento (11) da caldeira. Ele deve permanecer acionado até que a água da caldeira acione o led verde de mínimo e vermelho de máximo (8 e 9). Assim que o led vermelho acender, solte de imediato o interruptor.
- 2.5. Acione o botão de aquecimento (10), girando-o em sentido horário até a posição de máximo e aguardar fervura ou produção de vapor.
- 2.6. Quando o vapor começar a sair pelo tubo de teflon (25), desligue a chave de aquecimento (13) e volte o botão em (10) para a posição $\frac{1}{2}$ ou $\frac{3}{4}$ de volta.

Nota 04: A posição do botão deve ser escolhida pela observação através da vigia frontal (3) (durante processamento) se não está passando líquido de destilação pela última bola de Kjeldahl. Se estiver, diminuir a potência da resistência da caldeira através do botão de aquecimento. O mesmo deve ser feito caso o erlenmeyer esteja se aquecendo.

- 2.7. Complete o volume do copo de soda (6) com NaOH 40% até 150 mL.

Nota 05: Cuidado para não transbordar e derramar soda pela borda do copo.

- 2.8. Introduza o erlenmeyer previamente preparado, contendo a solução receptora e indicadora (preparadas conforme ANEXO), pelo bico do condensador (14).

Nota 06: Devem ser usados erlenmeyer de 150 ou 250 mL, verificar ANEXO.

- 2.9. Regule a altura do suporte de erlenmeyer com cuidado, girando o parafuso com canopla preta (16). Deixe a ponta do bico do condensador (14) totalmente submerso no líquido.

Nota 07: Não deixe o bico do condensador muito prensado no fundo do erlenmeyer.

Nota 08: Caso seja necessário trocar a mangueira de silicone, corte o bico de saída na mangueira nova em formato de bisel.

- 2.10. Abra a porta de acrílico (2) e introduza o tubo de teflon dentro do tubo de digestão com o produto previamente digerido.

- 2.11. Apoie na base do macaco e gire a plataforma do macaco para prender o tubo no bocal apropriado.

Nota 09: A pressão exercida não deverá ser muito forte, deverá ser o bastante para acoplar bem o tubo no bocal e não vazar nitrogênio.

- 2.12. Feche a porta de acrílico (2).

- 2.13. Dosar a soda através da torneira frontal (4) sem muita rapidez.

- 2.14. Antes de iniciar o próximo item, verifique se os dois leds indicadores de nível (8 e 9) estão acesos. Se o led verde estiver desligado (9), acione o interruptor (11) até que se acenda.

- 2.15. Acione a chave de aquecimento da caldeira (13) e inicie a destilação.

Nota 10: O volume a ser destilado depende muito do método em uso. Alguns operadores duplicam o volume inicial do erlenmeyer e, em alguns casos, até triplicam.

- 2.16. Quando a destilação cessar totalmente, abra a mesa do erlenmeyer (15), abaixe o frasco sem retirar.

- 2.17. Lave o bico do condensador com água destilada com uma pisseta, conduzindo a lavagem para dentro do erlenmeyer.

- 2.18. Retire o erlenmeyer e leve-o para titulação (item 3).

- 2.19. Desligue a chave de aquecimento (13), aguarde alguns segundos e retire o tubo de digestão residual com auxílio de uma pinça ou luva térmica.

Nota 11: Cuidado! Tubo quente!

- 2.20. Providencie o descarte de resíduo apropriado e guarde o tubo para lavagem.

- 2.21. Comece a próxima destilação obedecendo a sequência a partir do item 2.7, e assim sucessivamente.
- 2.22. Ao término do uso, verifique se o botão (10) está totalmente na posição de mínimo e a chave de aquecimento (13) está desligada. Siga com o procedimento de limpeza (item 4).
- 2.23. Desligue o equipamento na chave geral (12) e feche a torneira da rede de água para resfriamento.

3. TITULAÇÃO

- 3.1. Titule em bureta, sob agitação, com H_2SO_4 0,1 eqg L^{-1} padronizado.
- 3.2. Calcule porcentagem de proteína bruta conforme Equação 1.

$$\%PB = [(V_{\text{titulante}} \times 1,4 \times \text{conc}_{\text{titulante}} \times \text{FC}) \times \text{fator}] / \text{Pa} \quad (1)$$

Sendo: %PB = porcentagem de proteína bruta

$V_{\text{titulante}}$ = volume gasto na titulação (mL)

$\text{conc}_{\text{titulante}}$ = concentração do H_2SO_4 (eqg L^{-1})

FC = Fator de correção do titulante

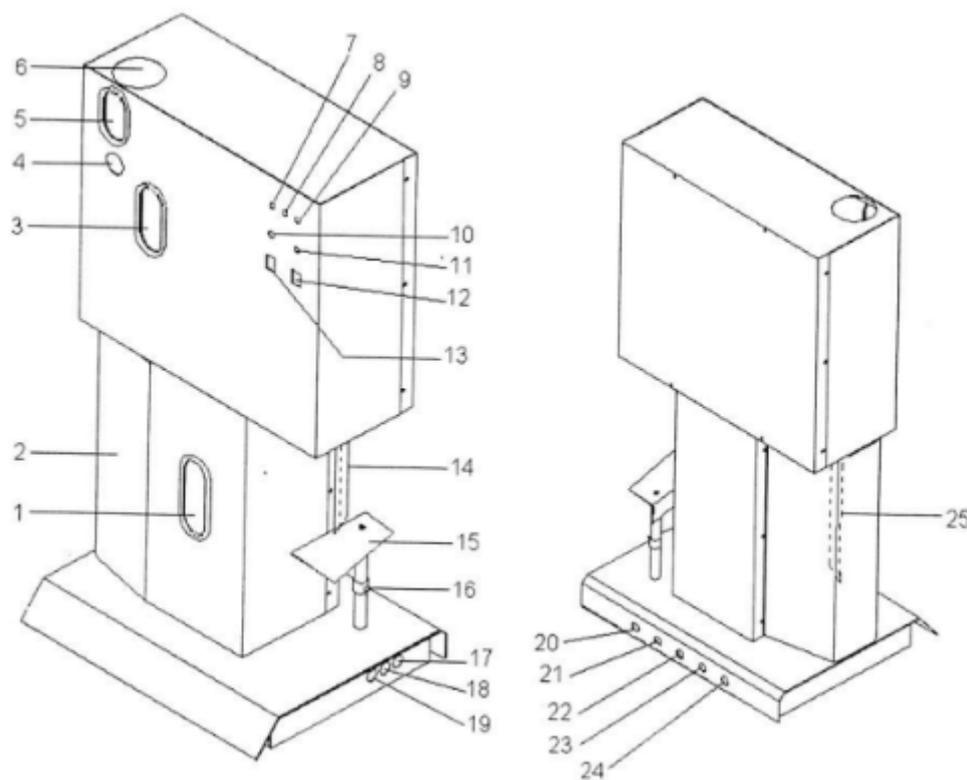
fator = 6,38 para leite; 5,70 para farelo de trigo; 6,25 para demais amostras

Pa = Peso da amostra (g)

4. LIMPEZA

- 4.1. Para lavagem do copo de soda, adicione água destilada no copo de soda (6) com a torneira aberta (4), coletando embaixo na ponta do teflon (25) com um vasilhame. Não fazer economia de água destilada.
- 4.2. Para limpeza do condensador de bolas de Kjeldahl, coloque um tubo vazio e limpo em (25) e um frasco de coleta em (15). Destile durante alguns minutos. Desligue o aquecimento, retire o tubo com uma pinça ou luva térmica e o frasco coletor.
- 4.3. Para limpeza da caldeira, esgote a caldeira através da retirada do tampão da conexão 23, conectando uma mangueira entre a conexão e a pia (descarte). Se houver demora, com a água da rua aberta, acione o interruptor (11) para apressar. Tornar a encher a caldeira, esquentar e repetir a operação com ela quente. Nunca desligar a resistência e permanecer com o comando de aquecimento desligado (13) durante esta operação.

Figura 1 - Identificação dos constituintes do equipamento



Legenda: 01 - Visor do nível da caldeira

02 - Tampa acrílica protetora do tubo

03 - Visor conexão Kjeldahl

04 - Torneira *stop flow* do copo dosador de soda

05 - Visor do copo de soda

06 - Orifício boca do copo dosador de soda

07 - Led (lâmpada) geral

08 - Led (lâmpada) nível caldeira máximo

09 - Led (lâmpada) nível caldeira mínimo

10 - *Knob* controlador do aquecimento

11 - Chave enchimento nível da caldeira

12 - Chave liga/desliga geral

13 - Chave liga/desliga aquecimento

14 - Tubo coletor da amostra destilada

15 - Mesa para coleta

16 - Suporte para determinação da altura da mesa

17 - Porta fusível

18 - Porta fusível

19 - Cabo de alimentação

20 - Entrada de água

21 - Entrada de água destilada

22 - Saída de água

23 - Caldeira esgota

24 - Alívio

25 - Mangueira teflon

Fonte: Adaptado do manual do equipamento

REFERÊNCIA

MARCONI. **Manual de instruções**: Destilador de Nitrogênio. Modelo MA-036.

ANEXO

- **PREPARO DO ERLLENMEYER PARA COLETA DO NITROGÊNIO:**

1. De acordo com o tamanho do tubo utilizado na digestão, utilizar o Quadro 1 abaixo para selecionar o tamanho de erlenmeyer apropriado na destilação. Adicione a este a quantidade adequada de ácido bórico (H_3BO_3) 42 g L^{-1} (solução receptora) ao frasco.
2. Adicione algumas gotas de solução indicadora, preparada a partir da mistura de: 0,25 g de verde de bromocresol; 0,25 g de vermelho de metila; e 250 mL de álcool etílico.

Quadro 1 - Recomendações a serem feitas na digestão e destilação

	Tamanho do tubo de digestão	MACRO (\varnothing 50 mm X 250 mm)	MICRO (\varnothing 25 mm X 250 mm)
Na digestão (POP Bloco Digestor MARCONI MA4025)	Quantidade de amostra	1,0 g	0,1 g
	Quantidade de mistura digestora	20 mL	7 mL
	Quantidade de água adicionada ao término da digestão	100 mL	10 mL
Na destilação	Tamanho do erlenmeyer	250 mL	125 mL
	Quantidade de solução receptora no erlenmeyer	50 mL	10 mL
	Quantidade de solução indicadora	Algumas gotas	Algumas gotas
	Quantidade a destilar	No mínimo 200 mL	No mínimo 50 mL

Fonte: Adaptado do manual do equipamento