

Procedimiento Caracterización Sólido (PULS) Sin Pretratamiento

Índice de Figuras

Figura 1. Materiales Necesarios. 1

Figura 2. Equipos Necesarios. 2

Uso

Saber la composición en azúcares (celulosa y hemicelulosa), lignina, extractos y cenizas de un sólido.

Muestras

Muestras Sólidas Sin Pretratar secas y molidas.

Materiales Necesarios



Figura 1. Materiales Necesarios.

Químicos Necesarios

H₂SO₄

Equipos Necesarios



Figura 2. Equipos Necesarios.

Procedimiento

1. Pesar Triplicados en la Balanza analítica
 - Cartucho Vacío
 - Cartucho con la muestra
 - Cartucho con la muestra y lana de vidrio/algodón
2. Montar el Soxhlet
 - Encender el refrigerante
 - Pesar por triplicado los matraces vacíos y 2 bolas de vidrio en la Balanza analítica
 - Medir 160 mL de agua y echar ese volumen en cada matraz
 - Poner el matraz unido al cuerpo del soxhlet y al refrigerante
 - Ajustar la temperatura al máximo
 - Controlar el montaje para asegurar que todo funciona correctamente
3. Transcurridas 24 horas y al final de un ciclo
 - Medir volumen total
 - Coger 10 mL
 - Poner la extracción de Etanol (menos temperatura que con el agua)
 - Pasar por columnillas y analizar en el HPLC B3
 - Coger 5 mL de esos 10 que usaste para HPLC B3
 - Añadirle 144 μL de H_2SO_4
 - Llevar autoclave 120 °C durante 30 minutos
 - Cuando acabe, pasar por columnilla sólo de resina y carbonato
 - Filtrar y analizar HPLC B3
4. Transcurridas 24 horas y al final de un ciclo
 - Medir Volumen Total
 - Secar Matraces en estufa a 105°C y pesar
 - Secar los cartuchos en la estufa entre 40 y 50°C
 - Coger 10 mL para filtrarlos luego y meterlos en el frigo
 - Recuperar el Etanol
5. Mirar los Resultados en el HPLC
6. Pesar por triplicado
 - 1 g aproximadamente de Materia original en un crisol (humedad y ceniza)
 - 0,3 g de cada muestra en un pesa materia y echarlo en tubo de vidrio
 - 0,3 g de cada patrón y echarlo en tubo de vidrio
7. Baño
 - Añadir 3 mL de H_2SO_4 72%
 - Llevar al Baño de agua 30 °C durante 60 minutos
 - Agitar con una varilla cada tubo cada 7 o 10 minutos
 - Sacar del baño y añadir 84 mL Agua Destilada
 - Se cierran los tubos y se pesan
 - Se llevan al autoclave a 120 °C durante 60 min
 - Se vuelven a pesar para ver si hay pérdidas, hacer ajuste si las hubiera
8. Tartera
 - Pesamos el Crisol vacío
 - Pesamos el Crisol + Filtro
 - Ponemos el filtro en la "Tartera"

- Ponemos unos tubos de plástico vacíos dentro de la “Tartera” con sus números correspondientes
 - Colocamos cada filtro en cada pocillo
 - Metemos los tubos debajo de cada pocillo
 - Extraes 1,2 mL de los 10 mL del tubo dentro de la tartera
 - Pasas por columnillas y filtras
 - Analizas en el HPLC del B3
 - Extraes 1 mL
 - Filtras y analizas en el HPLC del C6
 - Guardar lo que sobra para LAS
 - Filtrar todo el sólido
9. Sólidos
- Llevar a la estufa a 105 °C 24 horas
 - Pesar y llevar a la mufla durante **3** horas a 575 °C
 - Sacar, meter 1 hora en la estufa y pesar
 - Aparte repetir esta misma parte con los crisoles de materia original (1 g)
10. Hidrólisis Enzimática
- Procedimiento Aparte
11. Lignina Soluble
- Procedimiento Aparte

Condiciones

- ✓ Todo material que se vaya a usar bien seco.
- ✓ Tocar cada cierto tiempo el Soxhlet para ver que no se calienta demasiado.
- ✓ Manejar el Soxhlet por la parte de arriba.
- ✓ Matraz Soxhlet siempre debe tener líquido.
- ✓ Para sacar Soxhlet aflojar algo el tubo del refrigerador y subirlo aguantándolo de nuevo.
- ✓ Al final de la extracción del Etanol hay que recuperar este compuesto.
- ✓ Calentadores del B3 solo para hexano y etanol.