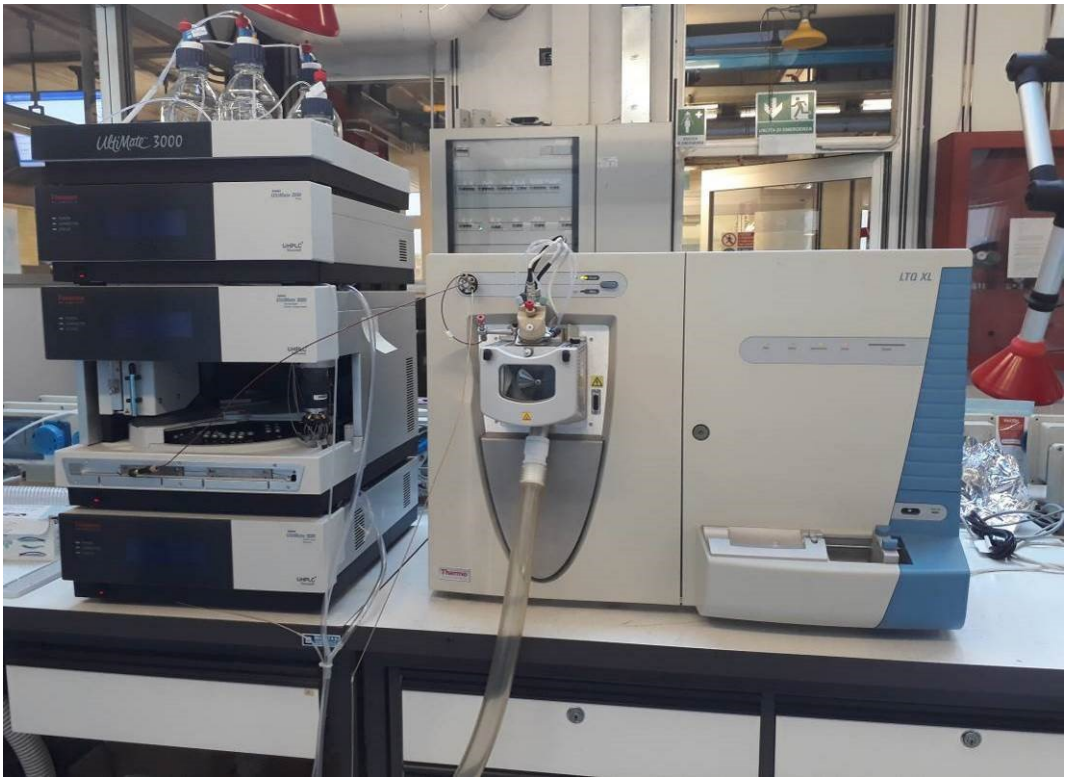
PROCEDURA DI MANUTENZIONE PER LO STRUMENTO HPLC-ESI-MS (LTQ XL): PULIZIA DELLA SORGENTE



LISTA DI DISTRIBUZIONE:

La presente SOP verrà inserita nel sito del Dipartimento e sarà accessibile agli utenti autorizzati

PREPARATO	DATA	VERIFICATO	DATA	APPROVATO	DATA
Paolo Degliesposti Eleni Laski	17/11/21	Dott.ssa M. Mattarozzi	10/01/22	Prof.ssa M. Careri	11/01/22

INDICE

1. SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE
2. RIFERIMENTI
3. DEFINIZIONI E ABBREVIAZIONI
4. DEFINIZIONI METROLOGICHE E TECNICHE
5. PERSONALE
6. MATERIALI E APPARECCHIATURE DA UTILIZZARE
7. MODALITA' OPERATIVE
8. INDICAZIONI PER LA PRESENTAZIONE DEI RISULTATI DI PROVA
9. PROCEDURE APPLICABILI
10. PRESCRIZIONI DI SICUREZZA

1. SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente procedura ha lo scopo di indicare le modalità operative da utilizzare per la manutenzione periodica della sorgente electrospray appartenente allo strumento HPLC-ESI-MS (LTQ XL) (Chromatografo liquido accopiato a Spettrometro di massa dotato di sorgente di ionizzazione elettrospray (ESI) con analizzatore a trappola ionica lineare LTQ-XL). Tale strumentazione è ubicata nel plesso Chimico Lab. 13.01.0.010 del Dipartimento di Scienze Chimiche, della Vita e della Sostenibilità Ambientale.

2. RIFERIMENTI

- D. Lgs. 81/2008: Testo unico in materia di salute e sicurezza nei luoghi di lavoro
- D. Lgs 81/2008: Attuazione dell'articolo 1 della legge 3 agosto 2007, n.123, in materia di tutela della salute e della sicurezza nei luoghi di lavoro
- PG 01.03.13-Rev. 3: "Gestione degli Strumenti" del Dipartimento SCVSA plesso Chimico e Polifunzionale
- Istituto Superiore di Sanità: "Guida Eurachem: Terminologia per le misurazioni analitiche – Introduzione al VIM 3" (2013)
- UNI EN ISO 9001:2015: "Sistemi di gestione per la qualità"
- UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018: "Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura"
- REGOLAMENTO dipartimentale per l'utilizzo delle attrezzature acquisite mediante il finanziamento "Dipartimenti di eccellenza 2017" approvato nelle sedute del CdD del 01/07/2019 e del 06/11/2019. Dipartimento di Scienze Chimiche della Vita e della Sostenibilità Ambientale
- Manuale "LTQ XL – Getting started", Revision A, June 2006

3. DEFINIZIONI E ABBREVIAZIONI

Dipartimento SCVSA: Dipartimento di Scienze Chimiche, della Vita e della Sostenibilità Ambientale

DPI: dispositivi di protezione individuale

Personale qualificato all'uso dello strumento: personale del Dipartimento SCVSA

preventivamente formato e quindi autorizzato all'utilizzo dello strumento dal Responsabile dello strumento

Personale tecnico qualificato all'uso dello strumento: personale tecnico del Dipartimento, che rientra tra il personale qualificato all'uso dello strumento, preventivamente formato e quindi autorizzato all'utilizzo e alla manutenzione dello strumento

Responsabile di Laboratorio: Docente incaricato dal Direttore che, individualmente o come coordinatore di gruppo, svolge attività didattiche o di ricerca in laboratorio, conformemente al D.M. 363/1998.

Responsabile dello strumento: personale Docente del Dipartimento incaricato della gestione dello strumento. Negli strumenti ad uso comune il Responsabile dello Strumento potrebbe non coincidere con il Responsabile di Laboratorio

4. DEFINIZIONI METROLOGICHE E TECNICHE

Calibrante o campione per la taratura: campione di misura utilizzato per la taratura di uno strumento o sistema di misura.

ESI: sorgente electrospray

HCOOH: acido formico.

Manutenzione: insieme di azioni tecniche e gestionali finalizzate a mantenere lo strumento, o a riportarlo nello stato in cui possa eseguire le funzioni richieste.
La manutenzione può essere ordinaria se eseguita con tempistiche prestabilite oppure straordinaria se eseguita in seguito al riscontro di malfunzionamento dello strumento.

MeOH: metanolo.

Taratura: insieme di operazioni atte a stabilire la relazione fra i valori di un misurando indicati dallo strumento di misurazione ed i corrispondenti valori noti di un campione di riferimento. Le tarature assicurano nel tempo la riferibilità metrologica ai campioni nazionali o internazionali di strumenti e campioni e sono eseguite attraverso l'utilizzo di adeguata strumentazione e da parte di personale tecnicamente competente

5. PERSONALE

Il Responsabile dello strumento LC-ESI-MS (LTQ XL) è la Prof.ssa Maria Careri (contatto mail: maria.careri@unipr.it).
Il Responsabile del laboratorio 13.01.0.010, designato dal Consiglio di Dipartimento, è la Dott.ssa Monica Mattarozzi (contatto mail: monica.mattarozzi@unipr.it)

RESPONSABILE DELLO STRUMENTO:

- gestisce la formazione ed identifica sia il personale qualificato all'uso dello strumento che il personale tecnico qualificato ad effettuare analisi e/o operazioni di manutenzione sullo strumento
- gestisce e regolamenta gli accessi al laboratorio del personale qualificato all'uso e alla manutenzione dello strumento
- verifica la preparazione ed il contenuto delle schede strumenti e dei registri di utilizzo
- si assicura che ogni utilizzo dello strumento venga registrato sull'apposita scheda
- verifica la preparazione e l'aggiornamento dell'elenco del personale qualificato all'uso e/o alla manutenzione dello strumento
- verifica che lo strumento sia identificato da etichetta
- verifica ed approva la preparazione e il contenuto dei protocolli di manutenzione preventiva e verifica funzionale dello strumento anche al fine di rispettare le clausole ed i termini della garanzia fornita dal costruttore
- verifica l'attuazione e la registrazione delle operazioni di taratura e manutenzione dello strumento
- verifica l'attuazione e l'aggiornamento del registro digitale di manutenzione
- verifica e conserva il registro digitale di manutenzione e verifica dei dispositivi di sicurezza associati allo strumento
- in caso di interventi di manutenzione affidati a ditte esterne, presenzia e verifica l'esito dell'intervento e ne conserva la relativa documentazione
- controlla la scheda di "segnalazioni malfunzionamenti" ed anomalie rilevate a seguito di utilizzo dello strumento" e predispone eventuali interventi, evidenziando se ricadenti o meno nel periodo di garanzia fornita dal costruttore
- pianifica azioni correttive per lo strumento risultato non idoneo alla taratura/verifica
- vigila sul buon funzionamento dello strumento disponendo gli interventi di manutenzione ordinaria e straordinaria
- assicura la conservazione di tutte le registrazioni
- valuta le richieste di utilizzo dello strumento
- verifica con gli utenti la fattibilità e definisce i tempi di esecuzione delle prestazioni richieste
- garantisce il supporto tecnico/scientifico
- predispone gli interventi straordinari sullo strumento

PERSONALE QUALIFICATO all'uso dello strumento:

- esegue le analisi per sé o richieste da utenti interni od esterni al Dipartimento aggiornando il registro di utilizzo dello strumento
- in caso di malfunzionamento avvisa il Responsabile dello strumento ed il Personale tecnico qualificato all'uso dello strumento ed aggiorna il registro per le segnalazioni anomalie rilevate

PERSONALE TECNICO QUALIFICATO all'uso dello strumento:

- esegue le analisi richieste aggiornando il registro di utilizzo dello strumento
- esegue e registra i controlli eseguiti sugli strumenti affidati
- redige ed aggiorna le schede dello strumento e i registri di utilizzo
- predispone e registra sull'apposita scheda ogni intervento effettuato sullo strumento
- predispone ed aggiorna periodicamente l'elenco del personale qualificato all'uso e/o alla manutenzione dello strumento
- identifica tramite etichetta lo strumento
- predispone i protocolli di manutenzione preventiva e verifica funzionale dello strumento ed il registro digitale di manutenzione, sulla base delle indicazioni fornite dal costruttore e dal Responsabile
- esegue le operazioni di manutenzione sullo strumento di competenza, in seguito a specifica qualifica (D.Lgs. 81/2008 art.71-c.7b), ed aggiorna il registro digitale di manutenzione
- predispone e conserva il registro digitale di manutenzione e verifica dei dispositivi di sicurezza associati allo strumento
- in caso di interventi di manutenzione affidati a ditte esterne, presenzia e verifica l'esito dell'intervento e ne conserva la relativa documentazione in accordo con il Responsabile dello strumento
- in caso di malfunzionamento registra gli eventuali malfunzionamenti rilevati e informa tempestivamente il Responsabile dello strumento
- conserva tutte le registrazioni
- può, in accordo con, e sotto la supervisione del Responsabile, svolgere attività di formazione per l'utilizzo dello strumento.

6. MATERIALI ED APPARECCHIATURE DA UTILIZZARE

- Kit di cacciaviti
- Chiave dedicata da utilizzare per rimuovere l'ion transfer capillary
- Carta di alluminio
- Bagnetto ad ultrasuoni
- Acqua deionizzata
- Acido formico
- Metanolo
- Cappa aspirante
- Flusso di azoto per asciugare i componenti
- Guanti in nitrile o in lattice, senza talco
- Siringa ed adattatore per ferula
- Taglierino per capillari in silice fusa

7. MODALITÀ OPERATIVE

7.1 OPERAZIONI PRELIMINARI

- Utilizzando i comandi del computer a cui è collegato lo strumento posizionare il sistema in Standby, in questo modo i flussi di azoto all'interno della sorgente ESI vengono interrotti. (Fig.1)

- Utilizzando il software di comando dello strumento cliccare con il mouse sull'icona "ESI SOURCE"; si aprirà una finestra di comando tramite la quale sarà possibile regolare alcuni parametri associati alla sorgente. Abbassare la temperatura del capillare (che normalmente opera tra i 200 e i 300 °C) e portarla a circa 100 °C. (Fig. 2 e 3)

- Attendere che la temperatura del capillare sia scesa alla temperatura impostata (ad esempio 100 °C) quindi spegnere l'elettronica dello strumento agendo sull'interruttore "Service Mode" posizionato lateralmente allo spettrometro di massa. (Fig. 4)

- Uscire dal programma.

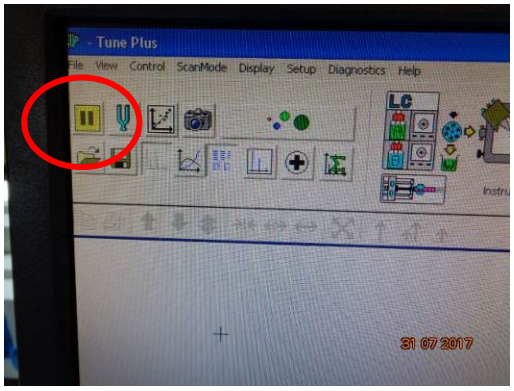


Fig. 1

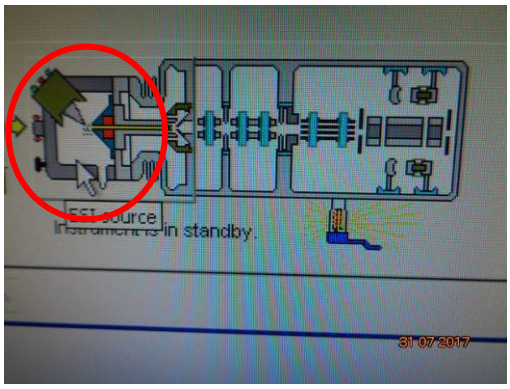


Fig. 2

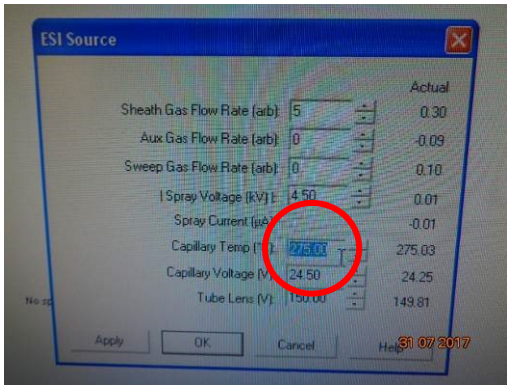


Fig. 3

Fig. 4

7.2 DISTACCO ED APERTURA SORGENTE

Tutte le seguenti operazioni devono essere effettuate indossando i guanti e lavorando in modo da minimizzare eventuali contaminazioni esterne.

- Staccare tutti i tubi in peek collegati alla sorgente, sganciare inoltre il tubo del waste collegato nella parte inferiore alla sorgente. (Fig. 5 e 6)

- Ruotare le leve laterali che tengono agganciata la camera della sorgente, asportarla delicatamente posizionandola successivamente sul bacone del laboratorio, precedentemente pulito. (Fig. 7 e 8)

- Utilizzando un piccolo cacciavite a taglio asportare il cono metallico allentando precedentemente le tre viti di sostegno. Attenzione: le viti devono essere solo allentate e non asportate completamente. (Fig. 9-11)

- Rimuovere lo ion transfer capillary utilizzando la chiave apposita che viene custodita nella grossa scatola dedicata portante la scritta "LTQ ESI". (Fig. 12-14)

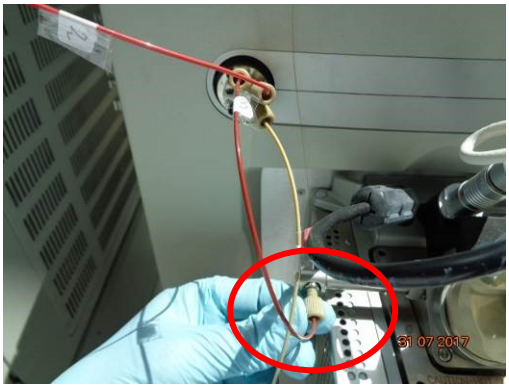


Fig. 5

Fig. 6

Fig. 7

Fig. 8

Fig. 9

Fig. 10

Fig. 11

Fig. 12

Fig. 13

Fig. 14

7.3 LAVAGGIO DEL CONO E DELLA ION TRANSFER

Tutte le seguenti operazioni devono essere effettuate indossando i guanti e lavorando in modo da minimizzare eventuali contaminazioni esterne.

- Prima di procedere con il lavaggio è opportuno coprire la sorgente con un foglio di alluminio per evitare che polvere e sporcizia possano sporcarla. (Fig. 15)

- Inserire quindi sia il cono che lo ion transfer capillary in un cristallizzatore contenente i seguenti solventi o miscele di solventi e procedere con tre lavaggi successivi, di durata pari a 10/15 minuti ciascuno, posizionando il cristallizzatore nel bagnetto ad ultrasuoni (Fig. 16- 18):

  1. **H_2O deionizzata : HCOOH 50:50**
  2. **H_2O deionizzata : MeOH 50:50**
  3. **MeOH 100%**

- Mentre sono in corso i lavaggi procedere alla pulizia del capillare in silice fusa sulla parte di sorgente precedentemente staccata ed appoggiata sul bancone del laboratorio.

- Inserire l'apposito adattatore che consentirà l'innesto della siringa. Infine procedere al lavaggio iniettando manualmente 250 uL di metanolo per 3/4 volte. Dato che il metanolo iniettato uscirà all'interno della camera, è opportuno inserire della carta assorbente nella camera stessa. (Fig. 19 e 22)

- Controllare le condizioni di usura del capillare, in particolare dalla parte che termina in corrispondenza del probe dell'ESI. Solamente nel caso in cui il capillare presenti segni di usura dovrà essere prima sfilato completamente dalla sorgente, svitando le 2 ferule di ancoraggio, e successivamente tagliato di qualche millimetro di lunghezza tramite apposito taglierino. Il taglio dovrà essere il più possibile regolare e netto. Si procederà quindi al reinserimento del capillare stesso avendo cura di procedere partendo dalla parte dell'ago metallico dell'ESI. Il capillare in silice fusa deve essere posizionato in modo che rientri di circa 1 mm rispetto all'estremità dell'ago ESI. Una volta riposizionato il capillare in maniera corretta serrare le 2 ferule di ancoraggio. (Fig. 23-25)

- Smontare l'accessorio di innesto siringa.

- Terminati i lavaggi asciugare accuratamente sia il cono che lo ion transfer capillary utilizzando un debole flusso di azoto.

Fig. 15

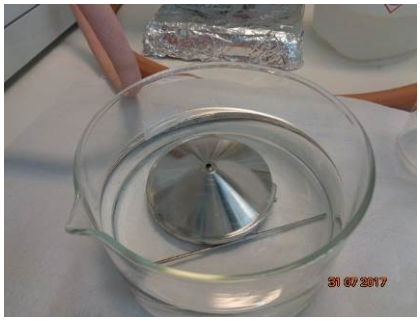


Fig. 16

Fig. 17

Fig. 18

Fig. 19

Fig. 20

Fig. 21

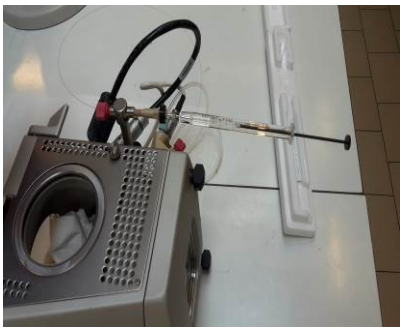


Fig. 22

Fig.23

Fig. 24

Fig. 25

7.4 MONTAGGIO SORGENTE PULITA

Tutte le seguenti operazioni devono essere effettuate indossando i guanti e lavorando in modo da minimizzare eventuali contaminazioni esterne.

Procedere al rimontaggio eseguendo le operazioni precedentemente descritte in ordine inverso e precisamente:

- Se si dispone di un altro ion transfer capillary pulito è possibile montarlo con l'apposita chiave dedicata riponendo nel contenitore quello appena lavato. (Fig. 26). Se invece non si dispone di un altro ion transfer capillary sarà necessario rimontare quello appena lavato, previa accurata asciugatura con flusso di azoto. Attenzione: riporre nell'apposito contenitore solo ed esclusivamente ion transfer capillary precedentemente puliti, annotando la data di lavaggio.

- Procedere quindi con il montaggio del cono lavato, e ben asciugato con flusso di azoto, serrando le tre viti di sostegno. (Fig. 27)

- Posizionare la camera mobile della sorgente serrando le due leve laterali. (Fig. 28)

- Ricollegare i tubi in peek ed il tubo del waste, seguendo l'opportuno posizionamento in corrispondenza della divert valve.

- Riaccendere il programma di Tune al computer.

- Riaccendere l'elettronica tramite l'interruttore laterale "Service mode". (Fig. 29)

- Ricordarsi di annotare l'intervento eseguito sul registro elettronico di manutenzione dello strumento.

Fig. 26

Fig. 27

Fig. 28

Fig. 29

7.5 PERIODICITA' DELL'INTERVENTO

La periodicità del seguente intervento di manutenzione deve essere valutata e decisa dal Responsabile del Laboratorio in base all'effettivo utilizzo dello strumento e ad eventuali problematiche riscontrate riconducibili allo stato di pulizia della sorgente ESI.

8. INDICAZIONI PER LA PRESENTAZIONE DEI RISULTATI DI PROVA

N.A.

9. PROCEDURE APPLICABILI

- PG n. 01.00.010.21" Gestione dello strumento HPLC-ESI-MS (LTQ XL)"
- SOP n. 02.00.010.21 "Taratura dello strumento HPLC-ESI-MS (LTQ XL)"

10. PRESCRIZIONI DI SICUREZZA

Tutte le operazioni descritte devono essere eseguite utilizzando gli idonei Dispositivi di Protezione Individuale disponibili in laboratorio (guanti in nitrile e occhiali para-schizzi) e indossando il camice. Le operazioni di lavaggio con acido formico e metanolo effettuate nella vasca ad ultrasuoni devono essere attuate sotto cappa aspirante. La pulizia del capillare tramite iniezioni di metanolo deve essere fatta o sotto cappa aspirante o sul bancone del laboratorio posizionando la sorgente sotto il naso aspirante acceso.