PROCEDURA DI ACCENSIONE E SPEGNIMENTO: Gas Cromatografo HP 6890 Series Plus accoppiato ad uno Spettrometro di Massa MSD 5973N (Agilent Technologies)

LISTA DI DISTRIBUZIONE:

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

PREPARATO	DATA	VERIFICATO	DATA	APPROVATO	DATA
Dott. M. Maffini Dott. F. Fornari	09/03/2022	Dott. N. Riboni Prof.ssa F. Bianchi	15/03/2022	Prof.ssa F. Bianchi	18/03/2022

INDICE

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

1. SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente procedura ha lo scopo di indicare la modalità operativa per l'accensione e lo spegnimento dello strumento gas cromatografo HP 6890 Series Plus accoppiato ad uno spettrometro di massa a singolo quadrupolo MSD 5973N Agilent Technologies (GC-MS). Tale strumentazione è ubicata nel plesso Chimico Lab. Cod. SIPE 13.01.S.014 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)
- 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
- UNI EN ISO 9001:2015: "Sistemi di gestione per la qualità"
- UNI 11063:2017: "Manutenzione – Definizione di manutenzione ordinaria e straordinaria"
- UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018: "Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura"
- Hardware Manual 5973N inert Mass Selective Detector, Agilent Technologies
- Quick Reference 5973N MSD 6890 GC, Agilent Technologies
- Tuning for Agilent GC/MS Systems by Mark A. Ferry, Optimize, January 2016

3. DEFINIZIONI E ABBREVIAZIONI

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

DPI: dispositivi di protezione individuale

GC-MS: Gas cromatografo HP 6890 Series Plus accoppiato ad uno spettrometro di massa a singolo quadrupolo MSD5973 (Agilent Technologies).

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

m/z: rapporto massa/carica di uno ione

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 del Dipartimento SCVSA che, individualmente o come coordinatore di gruppo, svolge attività didattiche o di ricerca in laboratorio, conformemente al D.M. 363/1998.

Responsabile dello strumento: 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.

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

4. PERSONALE

Il Docente Responsabile del GC-MS HP 6890 - MSD 5973N della Agilent Technologies e Responsabile del laboratorio 13.01.S.014 è la Prof.ssa Federica Bianchi (mail: federica.bianchi@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, calibrazione 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 calibrazione/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
- 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 dello strumento, svolgere attività di formazione per l'utilizzo dello strumento.

5. MATERIALE ED APPARECCHIATURE DA UTILIZZARE

N.A.

6. MODALITÀ OPERATIVE

Le procedure di accensione e spegnimento dello strumento GC-MS vengono eseguite dal personale qualificato.

6.1 ACCENSIONE

L'accensione dello strumento GC-MS viene effettuata ogni qualvolta lo strumento viene spento per la pausa estiva e invernale oppure ogni volta che viene eseguito un intervento di manutenzione ordinario o straordinario che richieda lo spegnimento completo dello strumento.

L'accensione viene eseguita secondo la seguente procedura:

1. Aprire rubinetto elio, posto nel corridoio ed accertarsi che la pressione sul manometro, posto all'interno del laboratorio nel quadro rosso, segni una pressione compresa fra 2.0 e 3.6 bar.
2. Sfiatare l'elio per qualche minuto dalla linea aprendo il rubinetto a perdere posto dietro alla strumentazione GC-MS e richiuderlo.
3. Aprire il rubinetto dell'elio collegato al GC-MS.
4. Verificare che la valvola di "vent" posizionata sullo spettrometro di massa MSD 5973N sia chiusa.
5. Accendere il PC collegato al GC-MS.
6. Accendere la pompa rotativa, posta alla sinistra del GC-MS.
7. Accendere lo spettrometro di massa MSD 5973N mediante apposito interruttore.
8. Accendere il gas cromatografo HP 6890 Series Plus mediante apposito interruttore.
9. Accendere il modulo autocampionatore PAL COMBI-xt mediante apposito interruttore.
10. Avviare una sessione "ChemStation" e verificare che il PC abbia riconosciuto lo strumento collegato: controllare sulla barra di stato dell'interfaccia ChemStation.
11. Attendere che lo spettrometro di massa raggiunga un vuoto di circa 40 mtorr.
12. Quando lo spettrometro avrà raggiunto il vuoto adeguato partirà in automatico il riscaldamento del quadrupolo, della sorgente e della linea di trasferimento che dovranno raggiungere i valori impostati (150, 230 e 280 °C, rispettivamente).
13. Attendere 12-24 h per consentire il raggiungimento di livelli di aria ed acqua compatibili con le condizioni di lavoro.

14. Dall'interfaccia della ChemStation selezionare *View/Tune and Vacuum Control* e successivamente, dal pannello "Manual Tune" verificare le abbondanze relative degli ioni 28 (N_2), 32 (O_2), 18 (H_2O) rispetto allo ione 69 (picco base del calibrante PFTBA), premendo il tasto "Profile", attendere qualche secondo e premere "Stop". I valori normalmente osservati sono i seguenti:

ione 28 ~ 1-3%
ione 32 ~ 0.5-2%
ione 18 ~ 0.5-2%

15. Se le abbondanze relative agli ioni monitorati sono adeguate eseguire la taratura dello strumento consultando la SOP 02.00.014.22 "Taratura dello spettrometro di massa MSD 5973N Agilent Technologies".

16. Se l'abbondanza dello ione 28 (N_2) supera il 5% rispetto allo ione 69 e contemporaneamente il rapporto tra l'abbondanza dello ione 32 (O_2) e dello ione 28 (N_2) e di circa 1:5, è possibile sia presente una perdita d'aria. In tale caso consultare la SOP 01.00.014.22 "Manutenzione ordinaria sullo strumento GC-MS: Controllo e gestione delle perdite d'aria e Manutenzione dell'iniettore".

17. Se l'abbondanza dello ione 18 (H_2O) risulta >10% rispetto allo ione 69, probabile presenza di acqua nella colonna e/o nella sorgente ionica: mantenere una elevata temperatura del forno (ca 120°C) per favorirne lo spurgo.

18. Caricare il metodo di lavoro, aggiornandolo al "file di tune" appena eseguito secondo la SOP 02.00.014.22 "Taratura dello spettrometro di massa MSD 5973N Agilent Technologies".

6.2 SPEGNIMENTO

Lo spegnimento dello strumento GC-MS viene effettuato ogni qualvolta lo strumento deve essere spento per la pausa estiva e invernale oppure ogni volta che deve essere eseguito un intervento di manutenzione ordinario o straordinario che richieda lo spegnimento completo dello strumento, l'interruzione dell'energia elettrica o la manutenzione delle linee dei gas tecnici.

Lo spegnimento viene eseguito secondo la seguente procedura:

1. Caricare il metodo "SPEGNIMENTO.M".

2. Dall'interfaccia della ChemStation selezionare View/Tune and Vacuum Control e successivamente, dal pannello "Vacuum" selezionare "VENT", sulla ChemStation si apre un'interfaccia che permette di monitorare le temperature e lo stato del vuoto, indicando il tempo residuo al completamento dell'operazione.

3. Al termine compare il messaggio "Vent cycle completed. Turn Off the Instrument."
4. Spegnere lo spettrometro di massa.
5. Spegnere la pompa rotativa e sfiatare aprendo la valvola "vent".
6. Spegnere il GC.
7. Spegnere l'autocampionatore.
8. Spegnere il PC.
9. Chiudere il rubinetto dell'elio posto dietro allo strumento.

7. INDICAZIONI PER LA PRESENTAZIONE DEI RISULTATI DI PROVA

N.A.

8. PROCEDURE APPLICABILI

- PG 01.00.014.21 "Gestione dello strumento: GC HP 6890 Series Plus - MSD 5973N Agilent Technologies (GC-MS Agilent)"
- SOP 01.00.014.22 "Manutenzione ordinaria sullo strumento GC6890 Series PL Plus – MSD 5973N (Agilent Technologies): Controllo e Gestione delle perdite d'aria e Manutenzione dell'iniettore"
- SOP 02.00.014.22 "Procedura di Taratura Spettrometro di Massa MSD 5973N (Agilent Technologies)"

9. PRESCRIZIONI DI SICUREZZA

Tutte le operazioni descritte devono essere eseguite utilizzando gli idonei Dispositivi di Protezione Individuale necessari (camice, occhiali).