PROCEDURA DI ACCENSIONE E SPEGNIMENTO: Gas cromatografo 6850N GC System con rivelatore a ionizzazione di fiamma – 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	20/03/2022	Prof.ssa F. Bianchi	20/03/2022

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 del gas cromatografo 6850N GC System accoppiato con un rivelatore a ionizzazione di fiamma – Agilent Technologies (GC–FID). 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"
- 6850 Series II GC User Information, Agilent Technologies
- Informazione per l'utente del modulo di controllo Serie 6850, Agilent Technologies

3. DEFINIZIONI E ABBREVIAZIONI

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

DPI: dispositivi di protezione individuale

GC–FID: Gascromatografo 6850N GC System accoppiato ad un sistema di rivelazione a ionizzazione di fiamma (Agilent Technologies).

GH: Generatore di idrogeno TH300 (FullTech Instruments).

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.

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.

4. PERSONALE

Il Docente Responsabile del GC-FID 6850N 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-FID vengono eseguite dal personale qualificato.

6.1 ACCENSIONE

L'accensione del GC-FID viene effettuata ogni qualvolta lo strumento deve essere utilizzato per una sessione d'analisi oppure dopo un intervento di manutenzione ordinario o straordinario per verificarne il funzionamento.

L'accensione viene eseguita secondo la seguente procedura:

1. Verificare che il rubinetto dell'elio, posto nel corridoio sia aperto e 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 un rubinetto a perdere e richiuderlo.

3. Aprire il rubinetto dell'elio collegato al GC-FID posto sul banco dietro lo strumento.

4. Aprire il rubinetto principale dell'aria cromatografica posto nel corridoio.

5. Aprire il rubinetto secondario dell'aria cromatografica posto nel banco dietro lo strumento.

6. Accendere il GC-FID con l'interruttore nero posto sul fianco sinistro dello strumento.

7. Accendere il PC collegato al GC-FID.

8. Aprire l'icona presente sul descktop "Instrument1on-line"

9. Caricare il metodo: Menù/Method/Load Method e selezionare il metodo che si vuole utilizzare per l'analisi.

10. Aprire finestra relativa al "Detector" e spegnere i flussi relativi ad idrogeno e aria, spegnere "flame" ed "electrometer", cliccando su "Apply" perché registri i comandi, attendere che il detector arrivi alla temperatura impostata (310°C).

11. Nel frattempo, accendere il generatore di idrogeno (TH300 – FullTech Instruments) al quale è collegato il GC-FID con l'apposito interruttore posto sul retro del generatore. Prima dell'accensione accertarsi che il gel di silice con indicatore contenuto nella cartuccia posta sul retro del GH, siano di colore blu acceso, se rosa o tendente al rosa è necessario provvedere alla manutenzione del GH come previsto nella SOP 09.00.014.22.

12. Una volta che il detector del GC-FID è arrivato in temperatura, come indicato nella finestra del detector, accendere i flussi di aria e idrogeno e cliccare su "Apply".

13. Attendere che siano raggiunti i livelli di flusso impostati per aria e idrogeno e fleggare su "flame", insieme si attiverà anche "electrometer", cliccare su "Apply". La fiamma del FID dovrebbe accendersi. Cliccare "OK" per chiudere la finestra di controllo del detector.

14. Per controllare se la fiamma è effettivamente accesa è possibile porre uno specchietto o un vetrino da orologio sulla zona sovrastante il FID, se si forma della condensa sulla superficie fredda dell'oggetto la fiamma è effettivamente accesa.

15. Procedere con le analisi.

6.2 SPEGNIMENTO

Lo spegnimento del GC-FID viene effettuato ogni qualvolta lo strumento ha terminato una sessione d'analisi oppure ogni volta che deve essere eseguito un intervento di manutenzione ordinario o straordinario.

Lo spegnimento viene eseguito secondo la seguente procedura:

1. Caricare il metodo "SPEGNI.M", i flussi di aria e idrogeno verranno automaticamente spenti e la temperatura del forno scenderà a 50°C.

2. Spegnere il generatore di idrogeno (TH300) mediante l'apposito interruttore.

3. Sfiatare il tubo di rame che collega il GH al GC-FID aprendo il dado posto dietro il GH (H_2 OUT), una volta sfiatato l'idrogeno richiudere bene il dado, con l'ausilio di una chiave inglese. Questa operazione è necessaria per evitare che il GH resti in pressione con l'idrogeno all'interno (FORTEMENTE INFIAMMABILE).

4. Chiudere sia il rubinetto secondario, dietro lo strumento che quello principale, nel corridoio, relativo all'aria cromatografica.

5. Se la sessione d'analisi deve essere ripresa il giorno seguente, lo strumento GC-FID può essere lasciato in queste condizioni.

6. Se invece la sessione d'analisi è terminata si può procedere allo spegnimento completo dello strumento, nel qual caso sarà necessario attendere che la temperatura del forno sia a 50°C prima di chiudere il rubinetto dell'elio posto nel bancone dietro al GC-FID.

7. Non chiudere il rubinetto principale nel corridoio, salvo differenti indicazioni del Responsabile del Laboratorio.

8. Spegnere il GC, con l'apposito interruttore nero posto sul fianco sinistro dello strumento.

9. Spegnere il PC.

7. INDICAZIONI PER LA PRESENTAZIONE DEI RISULTATI DI PROVA

N.A.

8. PROCEDURE APPLICABILI

- PG 03.00.014.22 "Gestione dello strumento: 6850N GC System con rivelatore a ionizzazione di fiamma – Agilent Technologies (GC-FID)"
- SOP 09.00.014.22 "Prove di Tenuta e Manutenzione ordinaria: Generatore di idrogeno TH300 (FullTech Instruments)"

9. PRESCRIZIONI DI SICUREZZA

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

Il laboratorio deve essere dotato di sensore per la rilevazione di idrogeno e del naso aspirante posto in prossimità del rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID).