PROVE DI TENUTA e MANUTENZIONE ORDINARIA: Generatore di Idrogeno TH300 (FullTech Instruments)

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. F. Fornari Dott. M. Maffini	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 la manutenzione ordinaria e l'esecuzione delle prove di tenuta della pneumatica del Generatore di Idrogeno TH300 (FullTech Instruments) collegato al gas cromatografo 6850N GC System accoppiato con 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"
- Manuale d'uso dei generatori di idrogeno TH300, versione 1.4, Gennaio 2012, FullTech Instruments

3. DEFINIZIONI E ABBREVIAZIONI

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

DPI: dispositivi di protezione individuale

GH: Generatore di Idrogeno TH300 (FullTech Instruments).

GC–FID: Gas cromatografo 6850N GC System accoppiato ad un sistema di rivelazione a ionizzazione di fiamma (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.

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 Generatore di Idrogeno TH300 (FullTech Instruments) 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

- chiave inglese
- dadi ciechi di tipo *Swagelock*
- acqua saponata o liquidi venduti appositamente per la ricerca di perdite di gas
- stufa da laboratorio
- conduttimetro

6. MODALITÀ OPERATIVE

L'esecuzione delle prove di tenuta e delle operazioni di manutenzione ordinaria del GH vengono eseguite dal personale qualificato al fine di garantire il verificare il corretto funzionamento del sistema e di operare in condizioni di sicurezza.

6.1. PROVE DI TENUTA

L'esecuzione delle prove di tenuta della pneumatica del GH viene effettuata all'inizio di una sessione di utilizzo, ogni qualvolta sia necessario scollegare il GH dalla linea di trasferimento dell'idrogeno verso il GC-FID e/o sia necessario eseguire operazioni di manutenzione ordinaria che richiedano il distaccamento di componenti della pneumatica del GH.

Al fine di verificare il corretto funzionamento del GH e di operare in condizioni di sicurezza è prevista l'esecuzione di prove di tenuta interna e di prove di tenuta esterna.

6.1.1. Prove di tenuta interna

Le prove di tenuta interna vengono eseguite secondo la seguente procedura:

1. Scollegare il tubo di rame dall'uscita posta sul retro del GH (H_2 OUT) e chiudere l'uscita con un dado di tipo *Swagelock* cieco.
2. Accendere il GH come in una normale sessione di utilizzo seguendo la SOP 08.00.014.22.
3. Il display visualizzerà il flusso massimo erogabile fino al raggiungimento della pressione di esercizio (56 psi).
4. Verificare che, al raggiungimento della pressione massima, il display segni un valore di flusso compreso fra 0 e 10 mL/min.
5. Per valori di flusso superiori a 10 mL/min, procedere alla ricerca delle perdite.
6. Una volta identificata la perdita, ripetere l'operazione.

6.1.2. Prove di tenuta esterna

Le prove di tenuta esterna vengono eseguite secondo la seguente procedura:

1. Scollegare il tubo di rame dall'ingresso posto sul retro del GC-FID (FID H_2) e chiudere l'uscita del tubo stesso con un dado di tipo *Swagelock* cieco.
2. Accendere il GH come in una normale sessione di utilizzo seguendo la SOP 08.00.014.22.
3. Il display visualizzerà il flusso massimo erogabile fino al raggiungimento della pressione di esercizio (56 psi).
4. Verificare che, al raggiungimento della pressione massima, il display segni un valore di flusso compreso fra 0 e 10 mL/min.
5. Per valori di flusso superiori a 10 mL/min, procedere alla ricerca delle perdite.
6. Una volta identificata la perdita, ripetere l'operazione.

Se in condizioni di normale utilizzo si visualizza sul display un valore di flusso molto superiore alla richiesta del GC-FID è possibile sia presente una perdita sulla linea di trasferimento dell'idrogeno o nella pneumatica del GC-FID stesso. In tal caso, verificare le perdite con acqua saponata o con liquidi venduti allo scopo e ripetere le prove di tenuta una volta isolata la perdita.

6.2. MANUTENZIONE ORDINARIA

Le operazioni di manutenzione ordinaria del GH sono finalizzate a garantire il suo normale funzionamento.
Le operazioni di manutenzione ordinaria prevedono il cambio e la rigenerazione delle cartucce di materiale disseccante (gel di silice con indicatore e setacci molecolari), la verifica della conducibilità dell'acqua presente nel serbatoio e la sua sostituzione.

6.2.1. Sostituzione e rigenerazione del materiale disseccante

La sostituzione del materiale disseccante viene eseguita a seguito dell'osservazione di una variazione di colore del gel di silice contenuto nell'apposita cartuccia sul retro dello strumento da blu a rosa.

La sostituzione viene eseguita secondo la seguente procedura:

1. Accertarsi che il GH sia spento e non sia in pressione. Nel caso in cui sia in pressione, scollegare il tubo di rame dall'uscita posta sul retro del GH (H_2 OUT) e ricollegarlo.

2. Svitare le cartucce di materiale disseccante poste sul retro del GH ed estrarle dal loro alloggiamento.

3. Rimuovere il cotone dalla parte sottostante la cartuccia e rimuovere il materiale disseccante.

4. Riempire le cartucce con materiale disseccante nuovo o rigenerato e riposizionare il cotone avendo cura di compattarlo adeguatamente.

5. Collocare le cartucce di materiale disseccante nel loro alloggiamento (gel di silice a sinistra e setacci molecolari a destra).

6. Accendere il GH come in una normale sessione di utilizzo seguendo la SOP 08.00.014.22.

7. Eseguire le prove di tenuta interna e le prove di tenuta esterna come illustrato nella sezione 6.1 "Prove di tenuta" della presente SOP.

La rigenerazione del materiale disseccante viene eseguita secondo la seguente procedura:

1. Collocare in due cristallizzatori distinti il gel di silice e i setacci molecolari da rigenerare.

2. Collocare i cristallizzatori in una stufa e mantenerli per 15 h ad una temperatura di 160–180 °C.

3. Far tornare a temperatura ambiente il materiale disseccante rigenerato ponendolo in un essiccatore.

4. Setacciare il gel di silice al fine di rimuovere le particelle più fini.

5. Nel caso in cui si desideri non utilizzare immediatamente il materiale rigenerato, questo deve essere conservato in essiccatore o in un recipiente a chiusura ermetica al fine di garantirne un'adeguata conservazione.

6.2.2. Sostituzione dell'acqua nel serbatoio

La sostituzione dell'acqua nel serbatoio del GH deve essere effettuata almeno una volta al mese ed ogni qualvolta la conducibilità elettrica dell'acqua già presente nel serbatoio superi i 2 μS/cm.

La sostituzione dell'acqua nel serbatorio viene effettuata secondo la seguente procedura:

1. Accertarsi che il GH sia spento e non sia in pressione. Nel caso in cui sia in pressione, scollegare il tubo di rame dall'uscita posta sul retro del GH (H_2 OUT) e ricollegarlo.

2. Svitare il tappo del serbatoio posto sulla parte superiore del GH.

3. Svitare il raccordo di plastica posto sul retro del GH (drainage) e rimuovere il tappo di gomma e attendere che il sistema si svuoti.

4. Reinserire il tappo di gomma e riavvitare il raccordo di plastica posto sul retro del GH (drainage).

5. Riempire il serbatoio per due terzi con acqua demineralizzata o deionizzata con conducibilità elettrica preferibilmente inferiore a 1 μS/cm (o comunque non superiore ai 2 μS/cm).

6. Avvitare il tappo del serbatoio posto sulla parte superiore del GH.

7. Qualora il GH sia stato spento per parecchio tempo, ripetere i punti 3, 4 e 5 per almeno due volte.

La verifica periodica della conducibilità elettrica dell'acqua nel serbatorio viene effettuata secondo la seguente procedura:

1. Accertarsi che il GH sia spento e non sia in pressione. Nel caso in cui sia in pressione, scollegare il tubo di rame dall'uscita posta sul retro del GH (H_2 OUT) e ricollegarlo.

2. Svitare il tappo del serbatoio posto sulla parte superiore del GH e raccogliere un campione dell'acqua contenuta.

3. Mediante un conduttimetro, misurare la conducibilità elettrica dell'acqua ed accertarsi che questa sia inferiore a 2 μS/cm.

4. Qualora venga registrato un valore superiore a 2 μS/cm, procedere con la sostituzione dell'acqua del serbatoio secondo la presente SOP.

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 08.00.014.22 "Procedura di Accensione e Spegnimento: Gas Cromatografo 6850N GC System con rivelatore a ionizzazione di fiamma – Agilent Technologies"

9. PRESCRIZIONI DI SICUREZZA

Utilizzare i dispositivi di protezione individuale (camice, guanti per protezione da alte temperature, occhiali, mascherina per polveri) durante le operazioni di rigenerazione del materiale disseccante.