# PROCEDURA PER IL CONTROLLO GIORNALIERO DEI LIVELLI DI ARIA E ACQUA: 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 | 09/03/2022 | Dott. N. Riboni<br>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 il controllo giornaliero dei livelli di aria ed acqua nello spettrometro di massa a singolo quadrupolo MSD 5973N accoppiato a un gas cromatografo HP 6890 Series Plus (Agilent Technologies). 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.

## 4. PERSONALE

Il Docente Responsabile dello strumento GC-MS costituito da uno spettrometro di massa a singolo quadrupolo MSD 5973N, accoppiato al gas cromatografo HP 6890 (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

Ogni mattina è necessario controllare i livelli di aria ed acqua secondo la seguente procedura:

1. Dall'interfaccia della ChemStation selezionare *View/Tune and Vacuum Control* e caricare il tune di lavoro *File/Load Tune Values*.

2. 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". Riportare le abbondanze ottenute sull'apposito quaderno.

3. I valori dovrebbero ricadere nel seguente range:

m/z 28 ~ 1-3%
m/z 32 ~ 0.5-2%
m/z 18 ~ 0.5-2%

4. Se l'abbondanza dello ione avente m/z 28 ($N_2$) supera il 5% rispetto allo ione a m/z 69 e contemporaneamente il rapporto tra l'abbondanza dello ione a m/z 32 ($O_2$) e dello ione a m/z 28 ($N_2$) è di circa 1:5, è possibile sia presente una perdita d'aria. In tale caso consultare la SOP 01.00.014.22.

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

## 7. INDICAZIONI PER LA PRESENTAZIONE DEI RISULTATI DI PROVA

Riportare i dati nell'apposito quaderno.

## 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 03.00.014.22 "Procedura di Accensione e Spegnimento: Gas Cromatografo HP 6890 Series Plus accoppiato ad uno Spettrometro di Massa MSD 5973N (Agilent Tecnologies)"

## 9. PRESCRIZIONI DI SICUREZZA

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