MANUTENZIONE ORDINARIA SULLO STRUMENTO GC 6890 Series Plus - MSD 5973N (Agilent Technologies):

Controllo e Gestione delle perdite d'aria e Manutenzione dell'iniettore

LISTA DI DISTRIBUZIONE:

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

PREPARATO	DATA	VERIFICATO	DATA	APPROVATO	DATA
Eleni Laski	25/02/2022	Dott. Riboni Prof.ssa F.Bianchi	11/03/2022	Prof.ssa F. Bianchi	12/03/2022

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 le modalità operative per a) Controllo e Gestione delle perdite d'aria e b) la Manutenzione dell'iniettore split/splitless Inlet (SSL) dello strumento Gascromatografo 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
- Manual G1530-90010, Agilent 6890 Gas Chromatograph Maintaining your GC, Agilent Technologies, March 2007

3. DEFINIZIONI E ABBREVIAZIONI

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

DPI: dispositivi di protezione individuale

GC-MS: Gascromatografo 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.

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 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

- Per la procedura **6.1) Controllo e Gestione delle perdite d'aria**
  - N.A.

- Per la procedura **6.2) Manutenzione del Split/Splitless Inlet** Manuale pg. 32-34 "*Manual G1530-90010, Agilent 6890 Gas Chromatograph Maintaining your GC, Agilent Technologies, March 2007*"- "Consumables and Parts for the Split/Splitless Inlet".

6. MODALITÀ OPERATIVE

6.1 Controllo e Gestione delle perdite d'aria (Air leaks)

Le perdite d'aria sono principalmente causate da guarnizioni a vuoto danneggiate o non fissate correttamente e devono essere gestite immediatamente.

Il controllo per eventuali perdite d'aria (Air Leaks) deve essere effettuato prima dell'uso dello strumento e a fine giornata lavorativa

Prendendo in considerazione quanto indicato nella pg. 128 dell'*Hardware Manual 5973N inert Mass Selective Detector, Agilent Technologies* e nella pg. 17 e pg. 24-25 del *Quick Reference 5973N MSD 6890 GC, Agilent Technologies,* **i seguenti sintomi possono indicare un'eventuale perdita d'aria:**

Segnali legati al sistema a vuoto:

- Pressione della camera dell'analizzatore (vacuum manifold) più alta del normale o pressione della pompa da vuoto (foreline pressure) più alta del normale. Solitamente causata quando la guarnizione della piastra laterale (porta dell'analizzatore) è aperta o la valvola di sfiato (vent valve) è ancora aperta.
- Incapacità della pompa turbo di raggiungere il 95% della velocità
- rumore persistente della pompa da vuoto dopo il pompaggio (avvio/turn on) dell'MSD. Indica una grande perdita d'aria.
- Lo spettrometro di massa MSD si accende ma poi la pompa foreline si spegne oppure non funziona: Questo errore di pompaggio è solitamente dovuto a una grossa perdita d'aria: la guarnizione della piastra laterale (porta dell'analizzatore) è aperta o la valvola di sfiato (vent valve) è ancora aperta.

Spectra segnali:

- Sfondo (background) negli spettri di massa più alto del normale
- picchi di ioni caratteristici dell'aria: m/z 18 (H_2O), 28 (N_2), 32 (O_2), e 44 (CO_2) oppure grandi picchi a m/z 14 and 16 (questi ultimi indicano perdite grandi)
- Scarsa sensibilità
- Bassa abbondanza relativa (relative abundance) di m/z 502 (di <3%)
- Scarsa sensibilità alle alte masse (se l'MSD produce una bassa abbondanza assoluta alle alte masse)

Le perdite d'aria possono verificarsi sia nel GC che nell'MSD. Il punto più probabile per una perdita d'aria è una guarnizione aperta di recente, per esempio nel caso in cui l'MSD sia stato appena riavviato dopo una manutenzione o se la colonna del GC è stata appena sostituita.

Nel GC, la maggior parte delle perdite si verifica in prossimità di:

- setto della porta d'iniezione (Injection port septum)
- colonna della porta d'iniezione (Injection port column nut)
- colonna capillare rotta

Nell'MSD le perdite possono presentarsi a carico di:

- Guarnizione della piastra laterale di chiusura dello spettrometro

- O-ring della piastra laterale (side plate o-ring)
- Valvola di sfiato (vent valve)
- O-ring della valvola di sfiato
- colonna interfaccia GC/MSD
- Tubo triode gauge incrinato sul connettore
- Valvola di calibrazione
- O-ring interfaccia GC/MSD (dove l'interfaccia si attacca alla camera dell'analizzatore)
- O-ring piastra terminale anteriore e posteriore (Front and rear end plate O-rings)

Qualora venga osservata una perdita d'aria occorre controllare subito tutte le guarnizioni, raccordi e valvole.

Particolarmente quando ci sono segnali di perdite legate al sistema a vuoto, la prima cosa da fare è spingere lo sportello dell'analizzatore (side plate seal) per sigillarlo correttamente.

Per ulteriori informazioni sulla risoluzione dei problemi legati alle perdite del sistema a vuoto guardare pag. 259 "Pumpdown failure shutdown" nel Hardware Manual 5973N inert Mass Selective Detector, Agilent Technologies. Questo capitolo non include azioni correttive per tutte le possibili cause. Non tentare alcuna azione correttiva se non si è sicuri di conoscere la procedura corretta.
Se le informazioni e le esperienze del personale qualificato sono insufficienti per risolvere un problema deve essere contattato il Responsabile dello strumento.

6.2 Manutenzione dell'iniettore SSL

Le operazioni di Manutenzione dell'iniettore SSL del Gascromatografo HP 6890 Series Plus sono da considerarsi operazioni di manutenzione ordinaria da eseguire periodicamente al fine di mantenere in piena efficienza lo strumento.
La frequenza con cui vengono eseguite le diverse operazioni dipende dalla frequenza di analisi, criticità dei campioni analizzati e diminuzione del segnale.
Tali operazioni potranno essere eseguite da personale qualificato preventivamente formato in accordo con il Responsabile dello strumento. Il personale qualificato sarà tenuto a registrare le operazioni di manutenzione nel registro elettronico di manutenzione dello strumento.

Le diverse operazioni di manutenzione vengono effettuate secondo le procedure indicate nel Manuale - *Manual G1530-90010, Agilent 6890 Gas Chromatograph Maintaining your GC, Agilent Technologies, March 2007*:

- pg. 40 - 41 "To Change the Septum on the Split/Splitless Inlet"
- pg. 42 - 43 "To Clean the Septum Seat in the Insert Assembly of the Split/Splitless Inlet"

- pg. 44 - 45 "To Change the Liner and O-Ring on the Split/Splitless Inlet"
- pg. 46 - 47 "To Replace the Gold Seal on the Split/Splitless Inlet"
- pg. 48 "To Replace the Filter in the Split Vent Line"
- pg. 49 - 50 "To Clean the Split/Splitless Inlet"

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 02.00.014.22 "Procedura di Taratura Spettrometro di Massa MSD 5973N (Agilent Technologies)"
- 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, guanti in cotone).