

# ecoscienza

SOSTENIBILITÀ E CONTROLLO AMBIENTALE

Rivista di Arpa  
Agenzia regionale  
prevenzione e ambiente  
dell'Emilia-Romagna  
N° 5/6 2011, Supplemento, Anno II

A photograph of a laboratory environment. In the foreground, a person's hand is holding a small, clear plastic vial. In the background, a Bunsen burner is lit, with a bright orange and yellow flame. The burner is positioned inside a fume hood, which has a large, illuminated metal hood above it. The scene is lit with a warm, orange glow from the burner and the hood's light. A blue rectangular text box is overlaid on the lower-left portion of the image.

## LA MANUTENZIONE DEGLI STRUMENTI

I PROTOCOLLI  
DI MANUTENZIONE PREVENTIVA  
E VERIFICA FUNZIONALE  
DELLE AGENZIE AMBIENTALI



Rivista di Arpa  
Agenzia regionale  
prevenzione e ambiente  
dell'Emilia-Romagna



Numero 5/6 • Anno II  
Dicembre 2011

Sped. Postatarget  
(Conv. CN/CONV/0002/2010)  
Bologna CMP

**Abbonamento annuale:**  
6 fascicoli bimestrali  
Euro 40,00  
con versamento  
sul c/c postale n.751404

**Intestato a:**  
Arpa  
Servizio  
meteorologico regionale  
Viale Silvani, 6 - 40122  
Bologna

**Segreteria:**  
Ecoscienza, redazione  
Via Po, 5 40139 - Bologna  
Tel 051 6223887  
Fax 051 6223801  
ecoscienza@arpa.emr.it

**DIRETTORE**  
Stefano Tibaldi

**DIRETTORE RESPONSABILE**  
Giancarlo Naldi

**COMITATO DI DIREZIONE**

Stefano Tibaldi  
Vito Belladonna  
Giuseppe Biasini  
Mauro Bompani  
Vittorio Boraldi  
Carlo Cacciamani  
Fabrizia Capuano  
Simona Coppi  
Adelaide Corvaglia  
Giuseppe Dallara  
Lia Manaresi  
Vanna Polacchini  
Raffaella Raffaelli  
Massimiliana Razzaboni  
Licia Rubbi  
Piero Santovito  
Mauro Stambazzi  
Luigi Vicari

**COMITATO EDITORIALE**

**Coordinatore:**  
Vito Belladonna

Raffaella Angelini  
Vincenzo Balzani  
Francesco Bertolini  
Gianfranco Bologna  
Mauro Bompani  
Roberto Coizet  
Matteo Mascia  
Giancarlo Naldi  
Marisa Parmigiani  
Giorgio Pineschi  
Karl Ludwig Schibel  
Andrea Segrè  
Manchiara Tallacchini  
Paolo Tamburini  
Stefano Tibaldi

**Redattori:**

Daniela Raffaelli

Stefano Folli

**Segretaria di redazione:**  
Claudia Pizzirani

**Progetto grafico:**

Miguel Sal & C

**Impaginazione e grafica:**

Mauro Cremonini  
e Nicolas Campagnari (Odoya srl)

**Copertina:**

Cristina Lovadina

**Stampa:**

Premiato stabilimento  
tipografico dei comuni  
Santa Sofia (Fc)  
Registrazione Trib.  
di Bologna  
n. 7988 del 27-08-2009

**Stampa su carta:**

Arcoprint

Chiuso in redazione: 23 dicembre 2011



## LA MANUTENZIONE DEGLI STRUMENTI

I protocolli di manutenzione preventiva e verifica funzionale delle Agenzie ambientali  
A cura di Michele Di Benedetto,  
Carla Gramellini, Leonella Rossi

Supplemento a Ecoscienza  
5-6/2011, disponibile solo online  
[www.ecoscienza.eu](http://www.ecoscienza.eu)

Chiuso in redazione:  
24 aprile 2012

Come anticipato in Ecoscienza 5-6/2011 ([www.ecoscienza.eu](http://www.ecoscienza.eu)), nel servizio *Dai laboratori al laboratorio. L'evoluzione delle attività analitiche nelle Agenzie ambientali*, il supplemento illustra il risultato del gruppo di lavoro tra Agenzie che ha condotto alla redazione e alla condivisione dei protocolli di manutenzione preventiva e verifica funzionale degli strumenti; questo lavoro vuole essere un ulteriore contributo nell'ambito dell'impegno costante delle Agenzie regionali per l'ambiente e per migliorare la confrontabilità dei risultati analitici, e degli indicatori che ne discendono.

Tra le azioni messe in campo e illustrate nel servizio già pubblicato si segnalano le esperienze di riorganizzazione della rete laboratoristica di Arpa Friuli Venezia Giulia e Arpa Emilia-Romagna, la razionalizzazione dei processi di approvvigionamento e di manutenzione degli strumenti attraverso una gara unica telematica che ha coinvolto sei Agenzie e IntercentER, il costante interconfronto sui risultati analitici, l'innovazione tecnologica, *la redazione di protocolli comuni di verifica di funzionalità della strumentazione*.

Per un ulteriore approfondimento si rinvia agli articoli pubblicati in Ecoscienza 5-6/2011 scaricabili gratuitamente all'indirizzo [www.ecoscienza.eu](http://www.ecoscienza.eu) ([bit.ly/JX9q8h](http://bit.ly/JX9q8h)), in particolare:

- *Dalle gare centralizzate economie ed efficienza*, Elena Bortolotti Arpa Emilia-Romagna
- *Una gara per sei Agenzie, il supporto di Intercent-ER*, Intercent-ER
- *Gestione degli strumenti, l'esperienza di Arpa Veneto*, Francesca Daprà
- *Manutenzione preventiva, i protocolli delle Agenzie*, Fulvio Raviola, Arpa Piemonte

Coordinamento redazionale Daniela Raffaelli, redazione Ecoscienza  
Fotografie di Maurizio Gherardi, Sezione provinciale di Bologna  
Arpa Emilia-Romagna



# I PROTOCOLLI DI MANUTENZIONE PREVENTIVA E VERIFICA FUNZIONALE DEGLI STRUMENTI

La *manutenzione preventiva* (MP) delle apparecchiature scientifiche ha lo scopo di “*conservare, attraverso interventi programmati nel tempo, la loro funzionalità, garantendo un livello prestazionale adeguato ai requisiti di qualità dei metodi analitici*”. Gli interventi di MP sono caratterizzati da una serie di verifiche in parte generali per tutti gli apparecchi e in parte specifiche in relazione alla tecnica analitica.

Conseguentemente, per ciascuna tipologia di apparecchi è possibile prevedere una lista specifica di attività da effettuare con una determinata frequenza (*protocollo di manutenzione*).

Queste attività sono individuate, in via prioritaria, sulla base delle prescrizioni fornite dal costruttore (*manuali d'uso degli apparecchi*) e/o da dati di letteratura, ma non devono prescindere da considerazioni basate sull'esperienza di utilizzo e sulla storia pregressa di ciascuno strumento, in particolare nella definizione della frequenza di MP.

La MP consiste nell'effettuare una serie di controlli predefiniti con eventuale sostituzione di parti che risultassero deteriorate a causa dell'età e/o dell'utilizzo, pulizia e ripristino di condizioni operative ottimali, con una periodicità idonea.

Nel caso di apparecchiature di misura, di norma, la MP è affiancata anche da una *verifica funzionale* (VF), costituita da controlli, calibrazioni e messe a punto effettuati con materiali/campioni di riferimento, o da una vera e propria *taratura* (T); quest'ultima è esclusa dai protocolli di MP in quanto effettuata secondo specifiche procedure del Servizio di taratura in Italia (SIT) o riferibili SIT.

In generale le principali attività di manutenzione preventiva possono essere individuate in:

- smontaggio (se previsto) e pulizia generale
- verifica ed eventuale sostituzione delle parti più soggette a usura
- controlli, calibrazioni, messe a punto
- verifica delle principali funzioni dell'apparecchio.

Nell'ambito della gara d'appalto per l'aggiudicazione del *servizio di manutenzione delle apparecchiature in Global Service*, effettuata congiuntamente da più Agenzie ambientali regionali, ci si è posti l'obiettivo di definire dei *protocolli di manutenzione preventiva e verifica funzionale*, specifici per alcune tipologie di apparecchiature e comuni per tutte le Agenzie, seguendo una linea guida univoca nella definizione delle attività da eseguire e tenendo in giusta considerazione anche i requisiti normativi in campo di *sicurezza*.

Si è deciso di concentrare l'attenzione su un sottoinsieme di apparecchiature, caratterizzate da maggiore criticità e complessità costruttiva, appartenenti alle classi di media, alta e altissima tecnologia (ad esempio: spettrofotometro FTIR, estrattore ASE, spettrometro ICP/MS).

Il gruppo di lavoro costituito da sette Agenzie ambientali regionali (Emilia-Romagna, Friuli Venezia Giulia, Marche,

Piemonte, Puglia, Toscana, Veneto) ha analizzato, per ogni strumento, i manuali delle ditte produttrici e ha tenuto in giusto conto le indicazioni degli utilizzatori per definire le periodicità di ripetizione degli interventi; per le apparecchiature per le quali non erano disponibili i manuali del costruttore ci si è basati su manuali di apparecchiature similari o su protocolli desunti da bibliografia.

Al termine dell'attività manutentiva è stata inoltre prevista una verifica delle prestazioni strumentali tramite l'esecuzione di un'analisi riconducibile a un metodo di prova normalmente applicato dal laboratorio, secondo criteri e modalità definite dalle singole Agenzie, a garanzia del mantenimento/ripristino delle condizioni ottimali d'utilizzo.

I protocolli sono stati redatti individuando per ogni apparecchio:

- *operazioni preliminari* (accettabilità ambiente di lavoro, danni visivi, connessioni ecc.)
- *manutenzione generale* (pulizia, stato d'usura delle parti di ricambio, sostituzione dei materiali di consumo, controllo delle parti meccaniche ecc.)
- *verifica funzionale dei singoli moduli e/o accessori* (autocampionatore, pompa ecc.)
- *verifica di funzionalità alle condizioni di normale utilizzo*

È inoltre previsto che tutte le attività svolte nel corso di una MP siano opportunamente registrate al fine di garantirne la tracciabilità, e per assicurare la disponibilità di un “archivio storico” di ogni singolo apparecchio, sulla base del quale assumere, ad esempio, tutte le decisioni relative a eventuali variazioni o revisioni della periodicità di verifica o, più in generale, dei protocolli stessi in un'ottica di miglioramento e ottimizzazione dell'attività manutentiva.

**Michele Di Benedetto, Carla Gramellini, Leonella Rossi**

Arpa Emilia-Romagna



## Protocolli di manutenzione preventiva e verifica funzionale Indice

		pag.
<b>1</b>	Analizzatore di carbonio totale (TOC, Total Organic Carbon) . . . . .	6
<b>2</b>	Autoclavi. . . . .	7
<b>3</b>	Cappe aspiranti . . . . .	8
<b>4</b>	Cappe di sicurezza biologica . . . . .	9
<b>5</b>	Centrifuga . . . . .	11
<b>6</b>	Cromatografo, cromatografia liquida (HPLC, HPLC con rivelatore di massa) . . . . .	12
<b>7</b>	Diffrattometro. . . . .	16
<b>8</b>	Estrattori accelerati ASE (Accelerated Solvent Extraction) . . . . .	17
<b>9</b>	Gasromatografo con rivelatori tradizionali e massa . . . . .	19
<b>10</b>	Microscopio elettronico dotato di sistema di microanalisi EDX . . . . .	21
<b>11</b>	Microscopio ottico a luce trasmessa . . . . .	22
<b>12</b>	Sistema di spettrometria gamma con rivelatore di radiazioni al germanio intrinseco puro. .	23
<b>13</b>	Spettrofotometro ad assorbimento atomico. . . . .	24
<b>14</b>	Spettrofotometro ad assorbimento atomico, Zeeman . . . . .	26
<b>15</b>	Spettrofotometro UV-Vis . . . . .	27
<b>16</b>	Spettrometria ad emissione ICP-OES (ICP, Optical Emission Spectrometer) . . . . .	29
<b>17</b>	Spettrometria plasma ad accoppiamento induttivo, massa (ICP Massa) . . . . .	31
<b>18</b>	Spettroscopia infrarossa (FT-IR) . . . . .	33
<b>19</b>	Verifica di sicurezza elettrica (VSE). . . . .	35



# Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 1

## Analizzatore di carbonio totale (TOC, Total Organic Carbon)

### Manutenzione preventiva dello strumento

#### **Lista di controllo**

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Verificare se sono presenti danni visivi (descrivere in caso di presenza)
- Verificare le connessioni dei gas a valle del riduttore di pressione
- Verificare il funzionamento e la pulizia di tutte le ventole interne di raffreddamento del sistema
- Controllare la tensione di alimentazione
- Verificare correttezza *carrier gas*
- Verificare correttezza *sparge gas*
- Verificare lo stato e il corretto funzionamento della valvola di campionamento
- Verificare lo stato della siringa di campionamento
- Verificare stato e il movimento delle slitte dei porti di iniezione e di lavaggio
- Verificare lo stato di usura del quarzo e dei reattivi del tubo di combustione
- Verificare il raggiungimento e la stabilità della T della fornace secondo quanto riportato nel manuale del costruttore

### Manutenzione preventiva accessori

#### **Autocampionatore**

- Verificare la lubrificazione e la libertà di movimento di tutte le parti meccaniche in movimento
- Verificare centratura posizioni
- Verificare l'ago di aspirazione del campione
- Verificare l'ago *sparge gas*

### Verifica funzionale

#### **Modulo liquidi**

- Verifica della linearità di risposta secondo quanto definito nel manuale d'uso dalla ditta costruttrice
- Verifica della sensibilità secondo quanto definito nel manuale d'uso dalla ditta costruttrice
- Verificadella ripetibilità dell'introduzione del campione secondo quanto definito nel manuale d'uso dalla ditta costruttrice

#### **Modulo solidi**

- Verifica della linearità di risposta secondo quanto definito nel manuale d'uso dalla ditta costruttrice
- Verifica della sensibilità secondo quanto definito nel manuale d'uso dalla ditta costruttrice
- Verifica della ripetibilità dell'introduzione del campione secondo quanto definito nel manuale d'uso dalla ditta costruttrice

### Verifica funzionale finale del sistema

- Verifica finale del sistema operando secondo criteri e modalità previste da un metodo di prova individuato dal responsabile del laboratorio o da persona da lui delegata

## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 2

# Autoclavi

### Verifiche preliminari

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Danni visivi e integrità meccanica (se sì, descrivere): integrità involucro e parti visibili
- Verifica dell'integrità dei dispositivi di connessione alla rete elettrica (spine, cavi, connettori ecc.)
- Verifica dispositivi di sicurezza (membrane, molle, microswitch, valvole di sicurezza, fotocellule, pulsanti di emergenza)

### Manutenzione preventiva generale dello strumento

- Pulizia e disincrostazione: pompa da vuoto, scambiatori di calore, tubazioni ecc.
- Verifica funzionamento pompa vuoto
- Verifica funzionamento pompa acqua
- Verifica funzionamento e manutenzione compressore aria
- Verifica funzionamento e manutenzione porta lato-sterile e lato-non sterile
- Verifica e manutenzione distributore fluidi, morsetti, catena motore porta lato-sterile e lato-non sterile
- Verifica ed eventuale sostituzione di tubazioni e guarnizioni/otturatori dell'impianto idraulico e pneumatico
- Verifica ed eventuale sostituzione elettrovalvole, valvole pneumatiche e valvole manuali
- Verifica, pulizia ed eventuale sostituzione filtri (vapore, acqua di rete, acqua deionizzata, aria compressa, aria sterile, pozzetto camera, pompa da vuoto)
- Verifica funzionamento pressostati
- Verifica integrità spie e comandi
- Verifica controllore di processo: pannello operatore, PLC, batterie tampone, termoregolatore
- Verifica della stampante e/o registratore (se presenti)

### Verifica funzionale e metrologica:

- Verifica e conferma metrologica delle sonde di temperatura, sonde di pressione e timer. Dovrà essere indicata la procedura di verifica delle prestazioni seguita e i campioni di riferimento utilizzati. Gli strumenti utilizzati per la verifica delle prestazioni dovranno essere tarati da centri accreditati da Accredia Dipartimento laboratori di taratura. I range di verifica dovranno coprire l'intervallo di normale utilizzo da parte del laboratorio.
- Esecuzione del test di tenuta al vuoto: la sonda di pressione deve resistere fino a 2.8 bar; in caso di perdite procedere alla sostituzione di guarnizioni o valvole di tenuta
- Verificare il corretto funzionamento della valvola di sicurezza (apertura al valore riportato sul manuale) portando l'apparecchio ad una pressione superiore a quella di lavoro
- Esecuzione cicli di prova, compatibili con quelli applicati dal laboratorio (tempi e temperature) con registrazione e stampa del grafico di temperatura
- Verifica di sterilità attraverso l'utilizzo di indicatori di sterilizzazione

### Registrazioni

Evidenza oggettiva della catena metrologica per gli strumenti utilizzati per le misure

## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale – 3

# Cappe aspiranti

### Manutenzione preventiva dello strumento

#### **Lista di controllo**

- Controllo visivo posizione apparecchio
- Controllo visivo generale della struttura
- Controllo visivo integrità delle vetrate
- Controllo visivo integrità del piano di lavoro
- Controllo funzionalità valvole aria, gas ecc. (se presenti)
- Controllo visivo dello stato del corpo illuminante e del relativo comando
- Controllo presenza tensione nelle prese di servizio
- Controllo funzionale delle prese e degli organi di comando
- Verifica saliscendi con relative funi, fine corsa e blocchi di sicurezza con eventuale cambio blocchi di fine corsa (se necessario)
- Verifica della valvola di sfogo e dei dispositivi di protezione a corredo della cappa
- Verifica degli allarmi (se presenti)
- Verifica del grado di luminosità del piano di lavoro

### Verifica funzionale

#### **Profilo di velocità flusso di aria**

##### *Velocità frontale*

- Verifica strumentale mediante anemometro a filo caldo dei flussi (*test report*) secondo quanto indicato al punto 6.3.2.1 della norma UNI EN 14175 parte 4; presentazione delle singole misure effettuate in ciascun punto, con verifica della conformità rispetto a un valore minimo definito come standard e calcolo della velocità media come strumento di definizione della classe o in conformità alla norma EN 14175 per cappe acquistate dopo il 2004 o ad altro criterio di classificazione.
  - Criterio di accettabilità: a seconda della lavorazione eseguita sotto cappa si fa riferimento a quanto indicato nel manuale UNICHIM 192/3 – E2 (per sostanze chimiche velocità frontale compresa tra 0.4 m/s e 0.85 m/s, per le polveri velocità frontale  $\approx$  1.0 m/s)
- Verifica strumentale dei filetti di fumo (*smoke pattern test*).
- Verifica integrità filtro a carboni, tenuta telaio e guarnizioni
- Verificare centratura posizioni
- Verifica del livello sonoro secondo norma UNI EN ISO 11202; valore < 65 db

### Registrazioni

Evidenza oggettiva della catena metrologica per gli strumenti utilizzati per le misure

## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 4

# Cappe di sicurezza biologica

### Manutenzione preventiva dello strumento

#### **Lista di controllo**

- Controllo visivo posizione apparecchio
- Controllo visivo generale della struttura
- Controllo della protezione frontale
- Controllo visivo integrità delle vetrate
- Controllo visivo integrità del piano di lavoro
- Controllo funzionalità valvole aria, gas ecc. (se presenti)
- Controllo visivo dello stato del corpo illuminante e del relativo comando
- Controllo presenza tensione nelle prese di servizio
- Controllo funzionale delle prese e degli organi di comando
- Controllo visivo lampada UV
- Controllo visivo del sistema di allarme min/max e/o indicatore di portata (se presente)

### Verifica funzionale

#### **Profilo di velocità flusso di aria**

##### *Flusso unidirezionale discendente (downflow)*

- Verifica strumentale secondo quanto indicato nell'Annex G 3.2.1 della norma UNI EN ISO 12469, che permette di valutare la rispondenza a quanto previsto dalla normativa di riferimento della velocità dell'aria in uscita dai filtri HEPA, oltre alla laminarità dei flussi.
  - Criterio di accettazione: velocità media compresa tra 0.25 e 0.50 m/s; valore minimo e massimo possono avere uno scostamento minimo dalla media inferiore la 20%

##### *Flusso d'aria barriera frontale (inflow)*

- Verifica strumentale secondo quanto indicato nell'Annex G 3.2.2 della norma UNI EN ISO 12469, che permette di valutare la rispondenza a quanto previsto dalla normativa di riferimento della velocità dell'aria in ingresso, il volume di aria espulsa e verifica dei flussi e/o la presenza di eventuali turbolenze presenti all'interno dell'apparecchiatura.
  - Criterio di accettazione: velocità di barriera  $\geq 0,4$  m/s, calcolata come  $V_b = (V_e \cdot S_e) / S_b$  dove  $V_b$  = velocità di barriera,  $V_e$  = velocità media di espulsione,  $S_e$  = sezione filtro espulsione e  $S_b$  = sezione barriera frontale

#### **Determinazione della classe di contaminazione della cappa**

- Verifica strumentale secondo quanto indicato nell'Annex B della norma UNI EN ISO 14644-1, per accertare la rispondenza della cappa alla classe di contaminazione per la quale è stata omologata
  - Grandezza misurata: massima concentrazione (n° di particelle) consentita in 1 m<sup>3</sup> di aria
  - Criterio di accettazione: Classe ISO 5 come definito nella norma UNI EN ISO 14644-1

## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 4 Cappe di sicurezza biologica

### **Altri controlli**

- Verifica integrità filtro, tenuta telaio e guarnizioni (UNI EN 12469, Annex D); verificare centratura posizioni.
- Visualizzazione dei filetti di fumo (*smoke pattern test*).
- Test di contenimento
- Test emissione lampada UV (UVC  $\geq 90\%$  di 27,1 mW/cm<sup>2</sup> a 1 m - 108,4 mW/cm<sup>2</sup> a 5,5 m)
- Livello sonoro secondo norma UNI EN ISO 11202; valore < 65 db
- Illuminazione secondo norma UNI EN ISO 12464-1; valore > 750 lux

### **Registrazioni**

Evidenza oggettiva della catena metrologica per gli strumenti utilizzati per le misure



## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 5

# Centrifuga

### Verifiche preliminari

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Danni visivi (se sì, descrivere): integrità involucro e parti visibili
- Verifica dell'integrità dei dispositivi di connessione alla rete elettrica (spine, cavi, connettori ecc.)
- Verifica dispositivi di sicurezza: meccanismo di blocco dello sportello

### Manutenzione preventiva generale dello strumento

- Verifica integrità e tenuta porta, sportelli, coperchi
- Verifica integrità supporti
- Verifica integrità collegamenti pneumatici e idraulici
- Verifica guaine, guarnizioni, membrane o parti di tenuta ed eventuale sostituzione
- Pulizia degli organi di rotazione accessibili e delle linee di ventilazione (filtri, presse, ventole)
- Lubrificazione delle parti meccaniche di rotazione dell'albero (se indicato nel manuale d'uso)
- Verifica funzionamento comandi di attivazione e regolazione (velocità, temperatura)
- Verifica assenza di vibrazioni e stabilità meccanica
- Verifica funzionamento luci, indicatori, spie, display ed eventuale riparazione/sostituzione.
- Verifica fusibili
- Verifica e manutenzione cestello e alloggiamenti
- Verifica integrità di spazzole e carboncini ed eventuale sostituzione
- Verifica bilanciamento rotore
- Verifica funzionamento
- Verifica funzionamento sistema frenante
- Verifica protezioni: Verificare i meccanismi di blocco di sicurezza del coperchio assicurandosi che l'apparecchiatura non si metta in funzione se il coperchio non è chiuso, con il relativo meccanismo di interblocco inserito
- Prova di funzionamento

### Verifica funzionale

- Controllo velocità del rotore e temperatura (nel caso di refrigerata). Indicare la procedura di controllo seguita e i campioni di riferimento utilizzati. Lo scostamento dei valori indicati dall'apparecchiatura rispetto a quelli di riferimento dovrà rientrare nella tolleranza prevista dal costruttore o definita dal laboratorio. I range/punti di controllo devono coprire l'intervallo di normale utilizzo da parte del laboratorio.
- Verifica di efficacia del sistema frenante: tempo di arresto
- Esecuzione cicli di prova, compatibili con quelli applicati dal laboratorio

## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale – 6

# Cromatografo, cromatografia liquida (HPLC, HPLC con rivelatore di massa)

### Verifiche preliminari

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Verifica se vi sono danni visivi (se sì, descrivere quali)

### Manutenzione preventiva generale dello strumento

- Pulizia dell'interno e l'esterno dello strumento
- Pulizia di tutte le ventole e i filtri
- Verifica dei dispositivi di connessione alla rete elettrica
- Controllo della tensione di alimentazione
- Verifica del degasaggio della fase mobile
- Verifica del degasaggio del solvente del campionatore automatico
- Verifica dei collegamenti elettrici/pneumatici e idraulici fra i moduli
- Verifica dell'assenza di perdite

### Manutenzione preventiva e verifica funzionale relativa ai singoli moduli

#### **Modulo Autocampionatore**

##### *Manutenzione*

- Pulizia e lubrificazione di tutte le parti meccaniche in movimento (sostituzione se necessario)
- Controllo delle siringhe e dell'ago (sostituzione se necessario)
- Verifica delle elettrovalvole/solenoidi
- Sostituzione del filtro di ingresso
- Sostituzione del *rotor seal* e dello statore
- Taratura/allineamento dell'ago
- Verifica del sistema di termostatazione della cella campioni (se presente)
- Registrazione del numero di iniezioni effettuate dal campionatore automatico

##### *Verifica funzionale*

- Prova di ripetibilità di iniezione
- Verifica del mantenimento della temperatura di 15 °C nella cella campioni (se applicabile)

#### **Modulo Pompa**

##### *Manutenzione*

- Pulizia dei contatti elettrici
- Pulizia in ultrasuoni della testa della pompa e delle *check valves*
- Verifica e pulizia dei pistoni (sostituzione se necessario)
- Pulizia e lubrificazione delle altre parti meccaniche (sostituzione se necessario)
- Verifica delle linee dei solventi dell'assenza di perdite
- Sostituzione dei filtri di ingresso e in linea
- Controllo dell'iniettore manuale e sostituzione del *rotor-seal* e dello statore (sostituzione delle eventuali parti danneggiate)

Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 6  
Cromatografo, cromatografia liquida  
(HPLC, HPLC con rivelatore di massa)

*Verifica funzionale*

- Verifica del flusso a 1 mL/min con backpressure a 1000 psi 3 1%

**Modulo Forno Colonna**

*Manutenzione*

- Verifica delle connessioni elettriche/idrauliche
- Controllo delle guarnizioni e della corretta chiusura dello sportello del forno
- Verifica della valvola di commutazione della colonna sostituzione del *rotor seal* (se presenti)

*Verifica funzionale*

- Verifica del mantenimento della temperatura di 35 °C per il forno standard e di 20 °C per il forno Peltier

**Modulo Rivelatore Indice di Rifrazione**

*Manutenzione*

- Verifica dell'elettrovalvola di purge e dei tubi di ingresso/uscita
- Controllo dell'assenza di perdite

*Verifica funzionale*

- Prova dell'intensità della lampada (se applicabile)
- Flussaggio con acqua della cella a flusso e controllo del bilanciamento ottico
- Controllo del bilanciamento dell'ottica
- Verifica del funzionamento dell'eventuale comando di temperatura

**Modulo Rivelatore ad Array di Diodi (DAD)**

*Manutenzione*

- Verifica delle connessioni elettriche/idrauliche
- Pulizia dell'ottica
- Sostituzione delle lampade (se necessario)
- Pulizia della cella
- Verifica dell'assenza di perdite

*Verifica funzionale*

- Verifica dell'esattezza della lunghezza d'onda nel punto di massimo assorbimento dello spettro della caffeina (273 nm)

Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 6  
Cromatografo, cromatografia liquida  
(HPLC, HPLC con rivelatore di massa)

**Modulo Rivelatore di Fluorescenza**

*Manutenzione*

- Verifica delle connessioni elettriche/idrauliche
- Pulizia dell'ottica
- Sostituzione della lampada (se necessario) e allineamento
- Pulizia della cella
- Verifica dell'assenza di perdite nella cella a flusso

*Verifica funzionale*

- Controllo dell'energia di eccitazione a 470 nm dopo l'allineamento della lampada e con acqua nella cella a flusso
- Controllo della lunghezza d'onda usando la banda Raman

**Modulo Rivelatore UV/VIS**

*Manutenzione*

- Verifica delle connessioni elettriche/idrauliche
- Pulizia dell'ottica
- Sostituzione della lampada a deuterio (se necessario)
- Verifica dell'assenza di perdite nella cella a flusso
- Controllo del bilanciamento dei raggi *sample/reference*
- Registrazione valore del contatore d'uso della lampada
- Pulizia e lubrificazione delle parti meccaniche in movimento (es. monocromatore)

*Verifica funzionale*

- Verifica dell'esattezza della lunghezza d'onda nel punto di massimo assorbimento dello spettro della caffeina (273 nm)

**Modulo Rivelatore Massa**

**Analizzatore**

*Manutenzione*

- Smontaggio sorgente
- Pulizia sorgente con soluzione di lavaggio
- Pulizia filtri pre analizzatore
- Pulizia filtri post analizzatore
- Pulizia contatti sorgente
- Pulizia sistema idraulico azoto
- Verifica allineamento analizzatore
- Sostituzione parti usurabili sorgente

Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 6  
Cromatografo, cromatografia liquida  
(HPLC, HPLC con rivelatore di massa)

- Pulizia elettronica e vano
- Analizzatore
- Riassemblaggio totale ed allineamento in condizioni sterili

**Interfaccia ESI/APC (se presenti)**

- Smontaggio completo
- Sostituzione capillari (se necessario)
- Allineamento capillari e Pig
- Riassemblaggio e test contropressione
- Sostituzione Union connessione

**Pompa rotativa 1°/ 2°**

*Manutenzione*

- Verifica tenuta connessioni vuoto
- Verifica perdite olio
- Svuotamento olio esausto
- Riempimento a livello nuovo olio
- Sostituire filtro olio (se necessario)
- Effettuare Ballast (20 min)

*Verifica funzionale*

- Calibrazione analizzatore con infusione soluzione di materiale di riferimento
- Verifica sensibilità e risoluzione con infusione soluzione materiale di riferimento
- Verifica allineamento pesi molecolari

**Verifica funzionale finale del sistema**

- Verifica finale del sistema operando secondo criteri e modalità previste da un metodo di prova individuato dal Responsabile del laboratorio o da persona da lui delegata



## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 7 Diffrattometro

### Verifiche preliminari

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Danni visivi (se sì, descrivere): integrità involucro e parti visibili
- Verifica dell'integrità dei dispositivi di connessione alla rete elettrica (spine, cavi, connettori ecc.)

### Manutenzione preventiva generale dello strumento

- Verifica pulizia filtri acqua e aria
- Verifica pulizia movimenti del goniometro
- Verifica funzionamento ventilatori e flusso acqua di raffreddamento
- Verifica regolarità del movimento e dell'inizializzazione del goniometro
- Verifica/controllo dei dispositivi di allineamento e dei parametri del detector
- Taratura elettronica e meccanica dei rivelatori e del goniometro
- Controllo con campioni standard a seguito del controllo effettuato sul campione di riferimento (allegare il rapporto di taratura e i tracciati registrati alla relazione di manutenzione) concordati con il responsabile del laboratorio o persona da lui delegata
- Verifica dei valori di tensione e confronto con quanto riportato nel manuale dello strumento
- Verifica dispositivi di sicurezza

## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 8 Estrattori accelerati ASE (Accelerated Solvent Extraction)

### Manutenzione preventiva generale dello strumento

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Danni visivi (se sì, descrivere)
- Degasaggio della fase mobile
- Degasaggio solvente del campionatore automatico
- Pulire l'interno e l'esterno degli strumenti
- Controllare la tensione di alimentazione
- Pulire tutte le ventole
- Verificare i collegamenti elettrici/idraulici fra i moduli
- Controllare se ci sono perdite di liquido e/o di gas

### Manutenzione preventiva e verifica funzionale relativa ai singoli moduli

#### **Tray delle Celle**

##### *Manutenzione*

- Pulire e lubrificare tutte le parti meccaniche in movimento
- Controllare tubi *in* e *out* collegati ai puntali
- Verificare il funzionamento di eventuali elettrovalvole/solenoidi
- Controllare i puntali di aggancio cella superiore e inferiore
- Sostituire i puntali di aggancio cella superiore e inferiore eventualmente danneggiati
- Azzerare il contatore delle estrazioni, se previsto
- Calibrare la posizione dei puntali di aggancio delle celle, nelle posizioni indicate
- Effettuare prova di aggancio delle celle e portare le stesse all'interno del forno
- Verificare la posizione della termocoppia e delle resistenze per il forno
- Verifica della temperatura del forno
- Verifica del volume di estrazione (ripetibilità)
- Verifica dell'accuratezza (scostamento tra volume estratto misurato con cilindro e da display)
- Pulire sensore di posizione *in* e *out Tray*

#### **Tray delle Vial**

##### *Manutenzione*

- Pulire e lubrificare tutte le parti meccaniche in movimento
- Controllare i tubi in scarico del solvente
- Verificare il funzionamento di eventuali elettrovalvole/solenoidi
- Controllare gli aghi e verificare l'assenza di ostruzioni
- Sostituire gli aghi del campione e del vent, eventualmente danneggiati
- Azzerare il contatore delle estrazioni, se previsto
- Calibrare la posizione dei puntali di aggancio
- Effettuare prova di aggancio celle e di caricamento delle stesse, all'interno del forno
- Controllare ed eventualmente sostituire tubi e valvole di ritegno gas sulla linea di ingresso e di uscita del gas

Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 8  
Estrattori accelerati ASE (Accelerated Solvent Extraction)

**Modulo Pompa**

*Manutenzione*

- Pulire e lubrificare le parti meccaniche
- Sostituire le parti di fluidica usurate
- Sonicare la testata della pompa e le *check valve*
- Pulire i pistoni (sostituire se rovinati)
- Sostituire i *back up seal* posizionati al interno del cilindro della pompa
- Sostituire gli *o-ring* del cilindro interno della pompa
- Verificare che non ci sono perdite
- Verificare tutte le linee dei solventi (in presenza di AutoAse)
- Controllo tubi in ingresso e uscita

*Verifica funzionale*

- Verifica della pressione della pompa usando indicatore di pressione esterno calibrato e *rinse tube* cella e vial di scarico

**Controllo Pressioni Gas**

*Manutenzione*

- Controllo perdite gas sulla linea del N<sub>2</sub> e Aria
- Verifica pressione della linea Aria, limite inferiore 5 bar
- Verifica pressione della linea Azoto, limite inferiore 10 bar
- Regolazione pressione OVEN a 130 Psi (+/- 15 Psi)
- Regolazione pressione Bottiglia solvente a 10 Psi (+/- 2 Psi)
- Regolazione pressione Aria a 50 Psi (+/- 3 Psi)
- Controllo connessioni gas su valvola *relief* e valvola statica
- Controllo perdite su valvola *manifold* (*solvent controller*)

**Controllo Sensori Periferici**

*Manutenzione*

- Calibrazione e controllo visivo del *sensor leak* posizionato all'interno dell' apparecchio
- Calibrazione e controllo visivo del sensore di *Vapor Hydrocarbon*, posizionato all'interno dell'apparecchio
- Controllo attuazione, valvola statica
- Controllo attuazione, valvola di *relief*
- Controllo attuazione, valvola del *prime*
- Controllo attuazione, valvola del *purge*

## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 9 Gascromatografo con rivelatori tradizionali e massa

### Verifiche preliminari

- Verifica se il luogo di lavoro è accettabile
- Verifica se vi sono danni visivi (se sì, descrivere quali)
- Verifica se la temperatura ambiente è conforme
- Verifica dei filtri delle linee dei gas

### Manutenzione preventiva generale dello strumento

- Pulizia dell'interno e l'esterno dello strumento
- Pulizia di tutte le ventole e i filtri
- Verifica dei dispositivi di connessione alla rete elettrica
- Controllo della tensione di alimentazione
- Verifica dei collegamenti elettrici/pneumatici fra i moduli
- Verifica dell'assenza di perdite

### Manutenzione preventiva e verifica funzionale relativa ai singoli moduli

#### **Modulo Gascromatografo**

##### *Forno*

- Misura dell'esattezza della temperatura impostata

##### *Iniettore*

- Sostituzione setto
- Sostituzione lana di vetro
- Controllo integrità e pulizia del *liner*
- Controllo degli *o-ring*
- Sostituzione *charcoal trap-split*
- Controllo di tenuta pneumatica
- Controllo del flusso di splittaggio elettronico
- Controllo del flusso di splittaggio manuale
- Controllo della temperatura

##### *Detector*

- Pulizia Jet (per FID, NPD , FPD sostituzione se necessario)
- Pulizia Collettore/Anodo (per FID, NPD, ECD , sostituzione se necessario)
- Controllo delle guarnizioni (sostituzione se necessario)
- Verifica della tensione di polarizzazione
- Verifica dei flussi aria/idrogeno/*make-up*
- Controllo del *liner* (FPD, sostituzione se necessario)
- Controllo lampada (PID, sostituzione se necessario)
- Controllo bilanciamento (TCD)

Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 9  
Gascromatografo con rivelatori tradizionali e massa

**Modulo Autocampionatore**

*Manutenzione*

- Pulizia e lubrificazione di tutte le parti meccaniche in movimento (sostituzione se necessario)
- Pulizia dei sensori ottici
- Verifica dell'allineamento dei movimenti meccanici
- Verifica della siringhe e dell'ago (sostituzione se necessario)
- Verifica delle guarnizioni (sostituzione se necessario)
- Verifica dell'impaccamento/pulizia della trappola (sostituzione se necessario)
- Verifica dei flussi
- Verifica delle tenute pneumatiche
- Verifica del raggiungimento delle temperature impostate
- Registrazione valore del contatore delle iniezioni

**Modulo Rivelatore di Massa**

*Manutenzione*

- Verifica dell'olio della pompa meccanica (sostituzione se necessario)
- Verifica dei setacci filtro di allumina (sostituzione se necessario)
- Verifica olio della pompa diffusiva (sostituzione se necessario)
- Verifica del livello standard di taratura (ripristino se necessario)
- Pulizia della sorgente ionica
- Pulizia dell'analizzatore e delle guarnizioni
- Controllo dei filamenti (sostituzione se necessario)
- Controllo del raggiungimento delle temperature impostate
- Verifica dei parametri di autotune/calibrazione
- Verifica della tensione del moltiplicatore (sostituzione se necessario)
- Verifica del livello di Aria/Acqua nel rivelatore
- Verifica della calibrazione delle masse 69.0, 131.0, 219.0, 502.0.

*Verifica funzionale*

- Verifica funzionale tramite iniezione materiale di riferimento
- Prove di ripetibilità di iniezione

**Verifica funzionale finale del sistema**

- Verifica finale del sistema operando secondo criteri e modalità previste da un metodo di prova individuato dal responsabile del laboratorio o da persona da lui delegata

## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 10

# Microscopio elettronico dotato di sistema di microanalisi EDX

### Verifiche preliminari

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Danni visivi (se sì, descrivere): integrità involucro e parti visibili
- Verifica dell'integrità dei dispositivi di connessione alla rete elettrica (spine, cavi, connettori ecc.)
- Verifica funzionamento delle ventole
- Verificare componenti interni ed eventuali componenti danneggiati

### Manutenzione preventiva generale dello strumento

- Pulizia dello strumento e igienizzazione
- Verifica dei valori di tensione e confronto con quanto riportato nel manuale dello strumento
- Controllo, e verifica di tutti i cablaggi e verificare che siano lontani da eventuali sorgenti di rumore
- Verificare il programma di *validation software* ed eseguire la diagnostica come richiesto, allegare i risultati alla scheda di manutenzione
- Pulizie: della colonna elettro-ottica e del *penning*; dell'anodo, della *firing-unit* e delle aperture, delle ventole
- Sostituzione olio e filtro pompa da vuoto
- Prove operative per alto vuoto
- Controllo detector SE e BSD
- Sostituzione gel di silice
- Sostituzione filamento W

### Verifica funzionale e metrologica

- Test di risoluzione, allegare immagine
- Verificare con un campione di riferimento concordato con il responsabile del laboratorio la qualità dell'immagine e la linearità con griglia di riferimento certificata. Stampare e rilasciare copia con barra dei micron

## Sistema per microanalisi EDX

### Verifiche preliminari

- Verifica luogo di lavoro accettabile
- Danni visivi (se sì, descrivere): integrità involucro e parti visibili
- Verifica dell'integrità dei dispositivi di connessione alla rete elettrica (spine, cavi, connettori ecc.)
- Verifica funzionamento delle ventole
- Verificare componenti interni ed eventuali componenti danneggiati
- Verificare il programma di *validation software* ed eseguire la diagnostica come richiesto, allegare i risultati alla scheda di manutenzione
- Verificare la funzionalità di allarme N<sub>2</sub>

### Verifica funzionale e metrologica

- Detector: Verificare la calibrazione inserendo Mn (Manganese) o Fe55 o Co nel SEM
- Rilasciare copia delle operazioni eseguite al responsabile del laboratorio

## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale -11 Microscopio ottico a luce trasmessa

### Verifiche preliminari

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Danni visivi (se sì, descrivere): integrità involucro e parti visibili
- Verifica dell'integrità dei dispositivi di connessione alla rete elettrica (spine, cavi, connettori ecc.)

### Manutenzione preventiva generale dello strumento

- Pulizia dello strumento e igienizzazione
- Pulizia delle parti ottiche: obiettivi, oculari, lenti sistema fotografico condensatore, filtri, sorgenti luminose accessorie
- Controllo, pulizia e lubrificazione dei movimenti X,Y,Z e del piano portaoggetti
- Controllo, movimento macro e micrometrica
- Controllo dei diaframmi di apertura e di campo
- Controllo, regolazione e allineamento sorgenti luminose (luce trasmessa, riflessa, fluorescenza)
- Controllo, della centratura e verifica movimento diaframma di apertura secondo Kohler
- Controllo della centratura revolver obbiettivi ( micr. polarizzatori)
- Verifica di allineamento e focalizzazione del diaframma di campo
- Verifica del movimenti braccio di supporto
- Verifica di integrità delle lenti
- Verifica del dispositivo per contrasto di fase (se presente)
  - Controllo movimento *revolver* anelli di fase, centratura anelli di fase con oculare telescopico
- Verifica del sistema a fluorescenza (se presente)
  - Pulizia modulo blocco filtri, verifica efficienza lampada , centratura e allineamento lampada HBO
- Verifica delle fibre ottiche (se presenti)
- Verifica di una lettura effettuata su un campione concordato con il responsabile del laboratorio o con persona da lui delegata e per il contrasto di fase con vetrino HSE/NPL
- Verifica taratura micrometro oculare con micrometro oggetto



## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 12

# Sistema di spettrometria gamma con rivelatore di radiazioni al germanio intrinseco puro

### Verifiche preliminari

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Verifica danni visivi (se sì, descrivere quali)
- Verifica conformità temperatura ambiente a specifiche tecniche (se applicabile)
- Pulizia e lubrificazione parti meccaniche in movimento
- Verifica *dewar* e sistema di riempimento azoto liquido
- Verifica funzionalità sistema raffreddamento elettrico

### Manutenzione preventiva

- Pulizia interno ed esterno dello strumento
- Pulizia di ventole e filtri
- Verifica connessione alla rete elettrica
- Controllo tensione di alimentazione
- Verifica collegamenti elettrici fra i moduli
- Verifica rumore elettronico, microfonicità, messa a terra, interferenze
- Verifica parametri amplificatore (ottimizzazione se necessario)
- Verifica ADC e discriminatori
- Verifica alta tensione e polarità
- Verifica *shutdown*
- Verifica installazione e funzionalità software gestione strumentale

### Verifica funzionale

I parametri da sottoporre a verifica sono, tra i seguenti, quelli garantiti dal produttore; per le modalità operative fare riferimento alle specifiche del produttore; per la misura dell'efficienza relativa è necessario l'utilizzo di una sorgente radioattiva puntiforme di Co-60 dotata di un certificato di taratura ACCREDIA o ACCREDIA equivalente.

- Risoluzione (FWHM) a 1,33 MeV, Co-60
- Rapporto Picco/Compton, Co-60
- Efficienza relativa a 1,33 MeV, Co-60
- Forma del picco (FWTM/FWHM), Co-60
- Forma del picco (FWFM/FWHM), Co-60
- Risoluzione (FWHM) a 122 keV, Co-57
- Risoluzione (FWHM) a 5,9 keV, Fe-55 (solo per rivelatori di tipo n)
- Verifica assenza contaminazione pozzetto

## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale – 13 Spettrofotometro ad assorbimento atomico

### Manutenzione preventiva dello strumento

#### **Lista di controllo**

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Verifica sistemi sicurezza
- Danni visivi (se sì, descrivere)
- Verificare l'integrità dell'involucro e delle parti dell'apparecchio
- Verificare l'integrità di spie e comandi
- Verifica dell'integrità dei dispositivi di connessione alla rete elettrica (spine, cavi, connettori ecc.)
- Verifica dell'integrità dei dispositivi di parti applicate, se presenti
- Verifica silenziosità ventole
- Pulire l'interno e l'esterno degli strumenti
- Controllare la tensione di alimentazione
- Pulire tutti le ventole e i filtri
- Verificare i collegamenti elettrici/pneumatici e idraulici fra i moduli
- Controllare se ci sono perdite
- Verificare la pulizia del vano campioni
- Verificare la pulizia delle finestre del vano campione
- Rimuovere la polvere o sporizia delle schede elettroniche

#### **Ottica**

- Controllo pulizia ottica
- Verifica calibrazione di lunghezza d'onda

#### **Introduzione campione**

- Pulizia *burner head*
- Pulizia camera e *flow spoiler*
- Pulizia nebulizzatore
- Controllo usura guarnizioni
- Allineamento bruciatore
- Verifica sensibilità e precisione

#### **Fornetto di grafite**

- Pulizia finestre in quarzo
- Pulizia camera e *flow spoiler*
- Pulizia contatti di grafite
- Controllo usura guarnizioni
- Verifica sensibilità e precisione

#### **Sistema per Idruri – Flow Injection (se presente)**

- Controllo delle connessioni
- Controllo usura tubicini
- Controllo pompe
- Controllo valvola

Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 13  
Spettrofotometro ad assorbimento atomico

- Verifica sensibilità e precisione

**Autocampionatore**

- Controllo e verifica puntale
- Controllo e verifica pompe
- Lubrificare guide meccaniche
- Controllo centratura posizioni

**Verifica funzionale finale del sistema**

- Verifica finale del sistema operando secondo criteri e modalità previste da un metodo di prova individuato dal responsabile del laboratorio o da persona da lui delegata



# Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 14 Spettrofotometro ad assorbimento atomico - Zeeman

## Manutenzione preventiva dello strumento

### **Lista di controllo**

- Verifica sistemi sicurezza
- Danni visivi (se sì, descrivere)
- Verificare l'integrità dell'involucro e delle parti dell'apparecchio
- Verificare l'integrità di spie e comandi
- Verifica dell'integrità dei dispositivi di connessione alla rete elettrica (spine, cavi, connettori ecc.)
- Verifica dell'integrità dei dispositivi di parti applicate, se presenti
- Verifica silenziosità ventole
- Pulire l'interno e l'esterno degli strumenti
- Controllare la tensione di alimentazione
- Pulire tutti le ventole e i filtri
- Verificare i collegamenti elettrici/pneumatici e idraulici fra i moduli
- Controllare se ci sono perdite
- Verificare la pulizia del vano campioni
- Verificare la pulizia delle finestre del vano campione
- Rimuovere la polvere o sporcizia delle schede elettroniche

### **Ottica**

- Controllo pulizia ottica
- Verifica calibrazione di lunghezza d'onda

### **Introduzione campione**

- Pulizia *burner head*
- Pulizia camera e *flow spoiler*
- Pulizia nebulizzatore
- Controllo usura guarnizioni
- Allineamento bruciatore
- Verifica sensibilità e precisione

### **Fornetto di Grafite**

- Pulizia finestre in quarzo
- Pulizia camera e *flow spoiler*
- Pulizia contatti di grafite
- Controllo usura guarnizioni
- Verifica sensibilità e precisione

### **Autocampionatore**

- Controllo e verifica puntale
- Controllo e verifica pompe
- Lubrificare guide meccaniche
- Controllo centratura posizioni

### **Verifica funzionale finale del sistema**

- Verifica finale del sistema operando secondo criteri e modalità previste da un metodo di prova individuato dal responsabile del laboratorio o da persona da lui delegata

## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale – 15

# Spettrofotometro UV-Vis

### Verifiche preliminari

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Danni visivi (se sì, descrivere)
- Controllare la tensione di alimentazione
- Verifica dell'integrità dei dispositivi di connessione alla rete elettrica (spine, cavi, connettori ecc.)

### Manutenzione preventiva generale dello strumento

- Pulire l'interno e l'esterno degli strumenti, compreso ventole e filtri
- Verificare efficienza sorgenti e sostituire quelle esaurite o in esaurimento
- Verificare le parti ottiche delle sorgenti e se necessario effettuare adeguata pulizia
- Verificare le parti ottiche del monocromatore e del fotometro, pulire gli specchi e filtri
- Verificare l'allineamento delle sorgenti sulla fenditura di ingresso
- Verificare la pulizia del vano campioni e lavarlo se necessario
- Verificare la pulizia delle finestre in quarzo e lavarle se necessario
- Rimuovere la polvere o sporcizia delle schede elettroniche

### Manutenzione preventiva accessori

#### **Cell Changer**

- Verificare la pulizia, ed eseguirla se necessario, dei supporti cuvetta
- Verificare la lubrificazione, ed eseguirla se necessario, delle parti meccaniche in movimento
- Verificare l'allineamento del porta cuvetta all'interno del raggio nelle varie posizioni

#### **Autosampler/Sipper**

- Verificare la pulizia, ed eseguirla se necessario, dei tubicini e della cella di flusso
- Verificare la mancanza di bolle d'aria durante l'aspirazione
- Verificare l'allineamento della cella a flusso nel raggio

#### **Sfera integratrice**

- Verificare la pulizia delle parti ottiche ed eventualmente pulire gli specchi

### Verifica delle seguenti condizioni di buon funzionamento dello strumento

- Verificare la linea di base (scansione secondo parametri indicati da manuale d'uso): stabilità e rapporto segnale/rumore
- Verificare l'accuratezza della lunghezza d'onda utilizzando campione idoneo con picchi noti; verificare esattezza e linearità fotometrica a una lunghezza d'onda definita da manuale d'uso o altre specifiche, utilizzando una soluzione standard di riferimento
- Verificare il valore della *stray light* (SRE - *Stray Radiant Energy*), possibilmente sia quella eterocromatica che isocromatica, riferita ai criteri presenti nei manuali d'uso

Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 15  
Spettrofotometro UV-Vis

**Verifica di buon funzionamento degli accessori:**

***Sipper***

- Verificare la riproducibilità delle letture alternando aspirazioni d'acqua

***Sfera integratrice***

- Verificare le condizioni degli standard bianchi ed eventuale sostituzione
- Verificare l'andamento della linea di base (secondo parametri indicati da manuale d'uso)

**Verifica funzionale finale del sistema**

- Verifica finale del sistema operando secondo criteri e modalità previste da un metodo di prova individuato dal responsabile del laboratorio o da persona da lui delegata



## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 16

# Spettrometria a emissione ICP-OES (ICP - Optical Emission Spectrometer)

### Verifiche preliminari

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Verifica se vi sono danni visivi (se sì, descrivere quali)

### Manutenzione preventiva generale dello strumento

- Controllare la tensione di alimentazione
- Verificare impianto gas e filtri linee
- Verificare il funzionamento e la pulizia di tutte le ventole interne di raffreddamento del sistema
- Verificare Impianto gas e filtri linee
- Pulizia o sostituzione filtro acqua
- Verificare funzionamento sicurezze
- Pannello torcia
- Verificare lo stato della pompa peristaltica
- Verificare stato tubi pompa peristaltica-campione/scarico.
- Verificare condizioni della torcia in quarzo e/o parti del supporto torcia. Eventuale sostituzione *o-ring*.
- Verificare lo stato del nebulizzatore in uso. Eventuale sostituzione *o-ring*
- Verifica gas/pressioni/parte pneumatica
- Verificare lo stato dell'*RF Coil*
- Verificare allineamento torcia per visione XL/RAD
- Pulizia o sostituzione finestre visione XL/RAD
- Calibrazione lunghezze d'onda

### Manutenzione preventiva e verifica funzionale relativa ai singoli moduli

#### **Modulo CHILLER (ove presente)**

##### *Manutenzione*

- Verificare livello liquido raffreddamento
- Sostituzione completa liquido raffreddamento se necessaria
- Pulizia filtri aria
- Pulizia filtro acqua esterno (se presente)
- Pulizia filtro acqua interno (se presente)
- Verificare corretta impostazione della temperatura

#### **Modulo Autocampionatore**

##### *Manutenzione*

- Verificare la lubrificazione e la libertà di movimento di tutte le parti meccaniche in movimento
- Verificare centratura posizioni
- Verificare probe aspirazione campione
- Verificare funzionamento pompa peristaltica di lavaggio puntale (ove presente)

Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 16

## Spettrometria a emissione ICP-OES (ICP - Optical Emission Spectrometer)

### Verifica funzionale

- Verifica della funzionalità della parte ottica (lenti)
- Verificare che la risoluzione misurata per i vari elementi risponda alle specifiche strumentali-calibrazione
- Verificare la sensibilità dello strumento come lettura in area o altezza di picco,
- Verificare il *BEC* (*background equivalent concentrations*) per almeno 1 isotopo (es Mn) in visione RAD e confrontarlo con quanto riportato nel manuale dello strumento
- Verificare il *BEC* per almeno 1 isotopo (es Mn) in visione XL e confrontarlo con quanto riportato nel manuale dello strumento

$$BEC = \frac{IB}{IS} \times C(mg/L)$$

IB= Intensità del bianco

IS= Intensità del segnale prodotto dallo standard

C= concentrazione in mg/l dello standard

- Verificare che il coefficiente di variazione percentuale (CV% test) con almeno 10 repliche di lettura dello stesso isotopo (es Mn) corrisponda a quanto riportato nelle specifiche strumentali allegate al manuale dello strumento (verifica della ripetibilità)

### Verifica funzionale finale del sistema

- Verifica finale del sistema operando secondo criteri e modalità previste da un metodo di prova individuato dal responsabile del laboratorio o da persona da lui delegata

# Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 17 Spettrometria plasma ad accoppiamento induttivo - Massa (ICP Massa)

## Verifiche preliminari

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Verifica se vi sono danni visivi (se sì, descrivere quali)

## Manutenzione preventiva generale dello strumento

- Controllare la tensione di alimentazione
- Verificare le connessioni dei gas a valle del riduttore di pressione, per ciò che riguarda lo strumento
- Verificare il funzionamento e la pulizia di tutte le ventole interne di raffreddamento del sistema
- Verificare la funzionalità delle aspirazioni dal vano torcia e dal vano pompe/generatore
- Verificare funzionamento sicurezze relative al plasma e alla RF
- Verifica dello stato delle pompe rotative ed sostituzione dell'olio se necessario
- Verifica dello stato delle pompe turbo-molecolari e sostituzione dell'olio se necessario
- Verificare lo stato della pompa peristaltica
- Verificare stato tubi pompa peristaltica-campione/scarico
- Verificare condizioni della torcia in quarzo e/o parti del supporto torcia. Eventuale sostituzione *o-ring*
- Verificare lo stato del nebulizzatore in uso. Eventuale sostituzione *o-ring*
- Controllo dei coni e dell'interfaccia. Eventuale sostituzione *o-ring*
- Verificare lo stato dell'RF *Coil* e tubi plastici all'interno del *cabinet* della torcia
- Verifica gas/pressioni/parte pneumatica

## Manutenzione preventiva e verifica funzionale relativa ai singoli moduli

### **Modulo CHILLER (ove presente)**

#### *Manutenzione*

- Verificare livello liquido raffreddamento
- Sostituzione completa liquido raffreddamento se necessaria
- Pulizia filtri aria
- Pulizia filtro acqua esterno (se presente)
- Pulizia filtro acqua interno (se presente)
- Verificare corretta impostazione della temperatura

### **Modulo Autocampionatore**

#### *Manutenzione*

- Verificare la lubrificazione e la libertà di movimento di tutte le parti meccaniche in movimento
- Verificare centratura posizioni
- Verificare probe aspirazione campione
- Verificare funzionamento pompa peristaltica di lavaggio puntale (ove presente)

Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 17  
Spettrometria plasma ad accoppiamento induttivo - Massa  
(ICP Massa)

### Verifica funzionale

- Verifica della funzionalità della parte ottica (lenti)
- Verificare che la risoluzione misurata per i vari elementi risponda alle specifiche strumentali - calibrazione risoluzione
- Verificare che il posizionamento sulla massa dell'elemento risponda alle specifiche strumentali - calibrazione numero di massa
- Verificare la sensibilità dello strumento come lettura in area o altezza di picco
- Verificare che la quantità di ossidi misurati come rapporto CeO/Ce sia inferiore alle specifiche tecniche riportate nel manuale dello strumento dalla ditta produttrice
- Verificare che il coefficiente di variazione percentuale (CV%) calcolato almeno su 5 letture di almeno 3 sec dello stesso isotopo corrisponda a quanto definito nelle specifiche strumentali allegate al manuale dello strumento (verifica della ripetibilità con almeno 3 isotopi diversi)
- Verifica finale del sistema operando secondo criteri e modalità previste da un metodo di prova individuato dal responsabile del laboratorio o da persona da lui delegata



## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 18 Spettroscopia infrarossa (FT-IR)

### Manutenzione preventiva dello strumento

#### **Lista di controllo**

- Verifica conformità condizioni ambientali
- Verifica sistemi sicurezza
- Danni visivi (se sì, descrivere)
- Verificare l'integrità dell'involucro e delle parti dell'apparecchio
- Verificare l'integrità di spie e comandi
- Verifica dell'integrità dei dispositivi di connessione alla rete elettrica (spine, cavi, connettori ecc.)
- Verifica dell'integrità dei dispositivi di parti applicate, se presenti
- Verifica silenziosità ventole
- Pulire l'interno e l'esterno degli strumenti
- Controllare la tensione di alimentazione
- Pulire tutti le ventole e i filtri
- Verificare i collegamenti elettrici/pneumatici e idraulici fra i moduli
- Controllare se ci sono perdite
- Verificare la pulizia del vano campioni
- Verificare la pulizia delle finestre del vano campione
- Rimuovere la polvere o sporizia delle schede elettroniche

### Manutenzione preventiva accessori

#### *Microscopio*

- Stato dell'ottica ed eventuale pulizia
- Qualità dell'immagine visibile
- Funzionalità dello *stage* portacampioni

#### *Autosampler/Sipper*

- Verifica dell' inizializzazione
- Verifica di ripetibilità

#### *ATR (Uatr Hatr ecc.)*

- Stato dell'ottica ed eventuale pulizia

#### *RIFLETTANZA (Diffusa, Speculare ecc.)*

- Stato dell'ottica ed eventuale pulizia

Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 18  
Spettroscopia infrarossa (FT-IR)

**Verifica delle seguenti condizioni di buon funzionamento dello strumento**

- Verificare l'efficienza delle sorgenti IR e laser
- Verificare la data cambio/rigenerazione degli essicanti
- Verificare il segnale e l'eventuale fase del laser
- Verificare l'allineamento e le calibrazioni interferometro
- Verificare il valore di energia IR
- Verificare l'ampiezza dell'interferogramma
- Verifica *background* strumentale
- Verifica accuratezza lunghezza d'onda
- Verifica capacità di risoluzione strumentale
- Verifica stabilità linea di base
- Verifica rapporto segnale/rumore

**Verifica di buon funzionamento degli accessori**

*Microscopio*

- Energia IR (trasmissione, riflessione, ATR)
- Rapporto segnale disturbo in trasmissione
- Linearità (*cut-off*)

*Autosampler/Sipper*

- Rapporto segnale disturbo Linearità (*cut-off*) solo MCT *detector*

*ATR (Uatr Hatr ecc.)*

- Energia IR
- Forma del *background*
- Rapporto segnale disturbo

*Riflettanza (Diffusa, Speculare ecc.)*

- Energia IR
- Forma del *background*
- Rapporto segnale disturbo

**Verifica funzionale finale del sistema**

- Verifica finale del sistema operando secondo criteri e modalità previste da un metodo di prova individuato dal responsabile del laboratorio o da persona da lui delegata

## Protocollo di manutenzione preventiva e verifica funzionale - 19 Verifica di sicurezza elettrica

Protocollo generale per la verifica della sicurezza elettrica delle apparecchiature secondo quanto previsto dalle norme CEI 62.5, CEI 66-5 e CEI 74-2

### Controlli visivi

- Controllo integrità delle parti presenti
- Controllo spine/prese
- Controllo cavo di alimentazione
- Controllo blocco cavo/passacavo
- Controllo fusibili/separatori di circuito
- Controllo targa apparecchio
- Controllo serigrafie dei dispositivi di comando/spie
- Controllo cavi ausiliari
- Controllo adattatori/connettori
- Controllo trasduttori
- Controllo filtri
- Controllo motore/pompa/ventola/compressore
- Documentazione

### Verifiche elettriche (verifica delle correnti di dispersione)

Eseguire la prova con un analizzatore automatico di sicurezza elettrica o misuratore di correnti di dispersione: allegare report delle misure

Le misure multiple di dispersione dovranno essere eseguite sulle diverse parti dell'apparecchio o componenti del sistema in prova



