



roselectra

ISTRUZIONE OPERATIVA  
**MANUTENZIONE TRASMETTITORE DI  
CLORO-CCM 253**

Documento: PRO 02  
Revisione: 1  
Data: 09/09/08  
Pagina: 1 di 5

## 1 Scopo

Scopo della presente istruzione è definire i compiti assegnati e le modalità operative per effettuare la manutenzione preventiva e correttiva (controllo funzionalità, pulizia, calibrazione, ecc. del trasmettitore di cloro CCM 253 installato sul sistema di campionamento acqua di mare – scarico dello stabilimento di Roselectra sito a Rosignano Solvay.

## 2 Campo di applicazione

La presente istruzione si applica alle attività periodiche di verifica della strumentazione di cui al paragrafo precedente, effettuate a cura di una ditta esterna specializzata, che lavora in appalto per conto di Roselectra.

## 3 Riferimenti

- Manuale operativo Endress+Hauser Liquisys M CCM 223/253 – BA 214C/16/it/09.00
- Manuale operativo Endress+Hauser CCS 140/141 – TI 058C/07/it/02.05
- PRO 01 “MANUTENZIONE TRASMETTITORE di pH-CPM 253”

## 4 Responsabilità

La presente istruzione viene seguita dal personale della ditta esterna specializzata cui Roselectra affida le attività di manutenzione elettrostrumentale del sistema di misura, la quale esegue le attività coordinandosi con il Tecnico del Serv. Op. Manutenzione Elettrostrumentale.

## 5 Modalità operative

La concentrazione di cloro libero viene determinata mediante il principio di misura amperometrico.

Il sensore di misura del trasmettitore del cloro libero (CCS 141) è costituito da un catodo in oro che funziona da elettrodo di misura e da un anodo in argento che funziona da elettrodo di confronto, immersi in un elettrolita, e separati dal fluido da misurare per mezzo di una membrana avente la duplice funzione di prevenire la fuoriuscita di elettrolita e impedire la penetrazione di agenti contaminanti. Poiché il sensore CCS141 determina unicamente l'acido ipocloroso, il segnale di misura varia al variare del pH che quindi deve essere misurato.

La calibrazione del sistema di misura viene fatta mediante il metodo DPD (diethyl-p-fenildiammina) utilizzando un fotometro.

Il sistema completo di misura del cloro comprende quindi:

- il trasmettitore di cloro Liquisys M CCM 253,
- il sensore a membrana CCS141-N
- la cella a deflusso CCA250,
- elettrodo di pH CPS31.

Di seguito sono descritte, in ordine sequenziale, le operazioni da svolgere per:

- la verifica periodica della funzionalità;
- calibrazione,
- manutenzione correttiva.

Le caratteristiche della strumentazione sono definite nel modulo di registrazione MOD 02 “SCHEDE DI CALIBRAZIONE TRASMETTITORE di CLORO-CCM 253”.

## 5.1 Verifica periodica della funzionalità

1. Mediante controllo visivo l'operatore accerta:
  - a. la presenza di flusso di acqua mare all'elettrodo
  - b. l'eventuale presenza di bolle d'aria nel portasensore del cloro e del pH. Qualora sia presente aria, rimuoverla svitando la camera di misura dal corpo centrale e battendo delicatamente la camera di misura sopra una superficie piana per far sì che le bolle d'aria aderenti alla superficie della camera possano sfuggire
  - c. l'eventuale presenza di bolle d'aria tra il catodo e la membrana. Qualora sia presente aria aprire la camera di misura e riempire con l'elettrolita
  - d. l'eventuale presenza di umidità o sporcizia nei punti di chiusura che potrebbero provocare piccoli corti circuiti nel circuito di misura. I cavi di misura umidi devono essere sostituiti
  - e. l'eventuale presenza di sporcizia sulla membrana del sensore del cloro
  - f. la buona condizione della membrana (se è perfettamente tesa e integra). Qualora la membrana risulti essere molto contaminata o non perfettamente tesa, occorre sostituirla.
  - g. la presenza di elettrolita nella camera di misura del sensore del cloro
  - h. l'eventuale presenza di macchie bianche o argentate sulla superficie grigio-bruna dell'anodo. Qualora presenti occorre rigenerare l'anodo del sensore
  - i. l'integrità del vetro dell'elettrodo di pH
  - j. la presenza della soluzione salina all'interno dell'elettrodo di pH
2. qualora superato il controllo visivo, l'operatore:
  - a. verifica che la portata del campione sia almeno 30 l/h (15 cm<sup>3</sup>/sec) (portata max 120 l/h) accertando che l'indicatore sia approssimativamente posizionato a metà della scala del rotometro
  - b. controlla la misura del cloro fornita dal trasmettitore confrontandola con quella fornita dallo strumento operatore, precedentemente calibrato con soluzione campione, prelevando allo scopo un'aliquota di campione dall'uscita della cella a deflusso. Registra i valori letti dallo strumento operatore e dal trasmettitore in linea nella parte "Verifica Strumento prima della calibrazione" del modulo di registrazione "SCHEMA DI CALIBRAZIONE TRASMETTITORE di CLORO-CCM 253" (MOD 02)
  - c. qualora lo scarto tra il valore letto dal trasmettitore e il valore ottenuto dallo strumento operatore sia superiore alla tolleranza ammessa, procede alla calibrazione come indicato al paragrafo 5.2.1., previa pulizia e manutenzione di tutte le parti costituenti
  - d. effettua i controlli sull'elettrodo di pH in accordo a quanto previsto al paragrafo 5.1 dell'istruzione operativa "MANUTENZIONE TRASMETTITORE di pH-CPM 253" (PRO 01)
3. l'operatore registra le attività svolte sul sensore di cloro e sull'elettrodo di pH con gli esiti nel modulo di registrazione "SCHEMA DI CALIBRAZIONE TRASMETTITORE di CLORO-CCM 253" (MOD 02) che consegnerà al Tecnico Preposto del Serv. Op. Manutenzione Elettrostrumentale.

Qualora si renda necessario procedere sempre alla calibrazione dopo la verifica, verrà aumentata la frequenza degli interventi di pulizia e verifica ovvero valutata l'opportunità di ulteriore filtrazione del campione.

### 5.1.1 Frequenza

Questa attività viene svolta settimanalmente.

## 5.2 Calibrazione

### 5.2.1 Calibrazione del sensore di cloro

Quando il cloro libero è misurato con la funzione di compensazione di pH attiva, è necessario eseguire la calibrazione nella modalità operativa di pH compensato. Poiché l'elettrodo di pH collegato è versione EP, la compensazione del pH avviene automaticamente.

La calibrazione viene svolta, quando prevista da scadenziario, dopo avere effettuato i controlli indicati al paragrafo 5.1, oppure a seguito della sostituzione della membrana o del riempimento dell'elettrolita.

Non è richiesta la calibrazione dello "zero".

Per la calibrazione dello span viene effettuata un'analisi di confronto utilizzando lo strumento operatore.

L'operatore deve operare come di seguito descritto:

- assicurarsi che il campione da misurare abbia il pH e la temperatura costanti
- prelevare un'aliquota di campione dall'uscita della cella a deflusso, leggendo il valore di cloro libero sul display del trasmettitore
- su tale aliquota determinare il valore di cloro mediante lo strumento operatore
- impostare nel trasmettitore il valore di cloro determinato con lo strumento operatore; qualora lo scarto tra il valore letto dal trasmettitore e il valore ottenuto con lo strumento operatore sia superiore alla tolleranza ammessa
- se possibile, ricontrollare la calibrazione dopo 4 ore e ripeterla, se necessario, dopo 1 giorno.

La sequenza delle operazioni effettuate sul display del trasmettitore sono riportate al paragrafo 6.10 del Manuale operativo Endress+Hauser Liquisys M CCM 223/253 – BA 214C/16/it/09.00.

Qualora dopo la calibrazione lo scarto tra il valore letto dal trasmettitore e il valore ottenuto con lo strumento operatore sia superiore alla tolleranza ammessa l'esito della calibrazione è negativo (cioè NC= non conforme).

In tal caso sono richiesti interventi di manutenzione ad hoc che l'operatore concorderà con il Tecnico del Serv. Op. Man. Elettrostrumentale al fine di ripristinare la corretta funzionalità del sensore quali ad esempio il riempimento con l'elettrolita, la sostituzione della membrana o la rigenerazione del sensore.

#### 5.2.2 Frequenza

Questa attività viene svolta ogni 15 giorni.

#### 5.2.3 Calibrazione dell'elettrodo di pH

Per la calibrazione l'operatore deve operare utilizzando il procedimento come di seguito descritto:

- sciacquare l'elettrodo e il sensore di temperatura con acqua demineralizzata, immergerlo nella soluzione tampone<sup>1</sup> 1 per attemperarlo e in seguito nella soluzione "vergine"
- avviare la calibrazione con CAL
- quando il valore è stabile (la differenza tra i valori misurati è  $< \pm 0,05$  pH e sono costanti per più di 10 secondi), viene accettato
- sciacquare l'elettrodo e il sensore con acqua demineralizzata, asciugare e immergere immediatamente nella soluzione tampone 2

seguendo la sequenza delle operazioni da effettuare sul display del trasmettitore riportate al paragrafo 6.10 del Manuale operativo Endress+Hauser Liquisys M CCM 223/253 – BA 214C/16/it/09.00.

Qualora si interrompa il calcolo dei parametri di calibrazione durante la calibrazione occorre ripeterla utilizzando nuove soluzioni tampone.

Qualora i valori di pendenza, del pH del punto zero e dell'offset risultino maggiori delle rispettive tolleranze ammesse l'esito della calibrazione è negativo (cioè NC= non conforme).

In tal caso sono richiesti interventi di manutenzione ad hoc che l'operatore concorderà con il Tecnico del Serv. Op. Man. Elettrostrumentale al fine di ripristinare la corretta funzionalità del sensore quali ad esempio la sostituzione dell'elettrodo e la verifica dello strumento e del cavo di misura con il simulatore.

L'operatore registra quindi le attività svolte sul sensore di cloro e sull'elettrodo di pH con gli esiti nel modulo di registrazione "SCHEDE DI CALIBRAZIONE TRASMETTITORE di CLORO-CCM 253" (MOD 02) che consegnerà al Tecnico del Serv. Op. Manutenzione Elettrostrumentale.

#### 5.2.4 Frequenza

Questa attività viene svolta settimanalmente.

<sup>1</sup> La soluzione tampone utilizzata per l'attemperamento dell'elettrodo non deve essere poi utilizzata per la verifica di calibrazione e la calibrazione stessa. Queste operazioni devono essere effettuate con soluzione "vergine".



ISTRUZIONE OPERATIVA  
MANUTENZIONE TRASMETTITORE DI  
CLORO-CCM 253

Documento: PRO 02  
Revisione: 1  
Data: 09/09/08  
Pagina: 4 di 5

### 5.3 Manutenzione correttiva

#### 5.3.1 Pulizia del pannello frontale del trasmettitore

La pulizia del pannello frontale deve essere fatta utilizzando esclusivamente detergenti normali come gli acidi diluiti al 3%, gli alcali diluiti al 5% e i detergenti per la pulizia della casa.

#### 5.3.2 Pulizia della membrana del sensore del cloro

Se la membrana appare sporca occorre togliere il sensore di cloro dalla cella a deflusso e pulire la parte sporca utilizzando l'effetto meccanico di un lieve getto d'acqua o acido cloridrico al 3%. È importante non utilizzare reagenti chimici poiché riducono la tensione della superficie della membrana.

#### 5.3.3 Sostituzione della membrana del sensore del cloro

Per questa operazione si dovrà svitare e togliere la camera di misura e quindi la ghiera di fissaggio della membrana. Una volta sostituita occorre riempire nuovamente la camera di misura con l'elettrolita come descritto al paragrafo 5.3.4.

#### 5.3.4 Riempimento del sensore del cloro con l'elettrolita

La camera di misura del sensore deve essere riempita con l'elettrolita immediatamente prima di metterla in servizio, per prevenire la disidratazione nell'aria del sensore. La camera va riempita anche ogni volta che viene sostituita la membrana o dopo un lungo periodo di funzionamento quando il sensore perde sensibilità.

Come buona norma tecnica conviene comunque ripristinare o sostituire l'elettrolita ogni 6 mesi.

Per sostituire l'elettrolita si procede come segue:

- svitare la camera di misura dal corpo centrale
- mantenendo leggermente inclinata la camera di misura, riempire con circa 7 – 8 ml di elettrolita fino approssimativamente a 1 cm dal bordo
- battere delicatamente la camera di misura sopra una superficie piana per far sì che le bolle d'aria aderenti alla superficie della camera possano sfuggire
- avvitare la barra centrale porta elettrodi nella camera di misura mantenendolo in posizione verticale e assicurandosi che tutta l'aria fuoriesca
- appena l'o-ring comincia a fare tenuta stringere delicatamente fino a che non risulta bloccata.

La camera di misura può così essere rimessa in servizio, previa esecuzione della polarizzazione, che ha una durata di 30 minuti, e della calibrazione.

#### 5.3.5 Rigenerazione del sensore del cloro

La rigenerazione si rende necessaria quando la risposta del sensore diventa lenta e quando la superficie dell'anodo presenta macchie bianche o argentate. Questa operazione deve essere fatta in fabbrica per cui occorre inviare il sensore al fornitore.

#### 5.3.6 Ripristino portata campione

Qualora la portata scende al di sotto del valore richiesto o in caso di totale mancanza di flusso attraverso l'unità CC250, viene generato un allarme, durante il quale non viene eseguita la misura. Il segnale di allarme si spegne non appena viene ripristinata la necessaria portata.

#### 5.3.7 Conservazione del sensore del cloro

Quando il sensore non viene utilizzato, deve essere conservato poiché non deve rimanere asciutto.

- Interruzione breve:

Il sensore può rimanere inserito nella cella di misura, purché non sia drenato via il liquido all'interno della cella di misura. Altrimenti, qualora non sia garantita la presenza di liquido, per non disidratare la membrana, è opportuno rimuovere il sensore dalla cella di misura e mettere il cappuccio di protezione al sensore dopo averci versato una piccola quantità di elettrolita.

- Interruzione lunga:

In questo caso occorre svuotare la cella di misura, specialmente se può verificarsi la disidratazione della membrana. Quindi risciacquare la camera di misura e la barra portaelettrodi con acqua distillata fredda e lasciare asciugare. Riavvitare il sensore facendo attenzione a non stringere completamente, in modo tale che la membrana non risulti in tensione.

	<b>ISTRUZIONE OPERATIVA</b> <b>MANUTENZIONE TRASMETTITORE DI</b> <b>COLORO-CCM 253</b>	<b>Documento: PRO 02</b> <b>Revisione: 1</b> <b>Data: 09/09/08</b> <b>Pagina: 5 di 5</b>
--	--	---

Per rimettere in servizio la cella di misura, sia dopo avere messo il cappuccio di protezione che a seguito di interruzione lunga, occorre procedere come indicato al paragrafo 5.3.4.

### 5.3.8 Pulizia dell'elettrodo di pH

Per pulire la sporcizia accumulatasi sull'elettrodo l'operatore procede come segue:

- per l'eliminazione degli strati oleosi e grassi utilizza un detergente come l'alcool, l'acetone
- per l'eliminazione dei depositi di calcare o di eventuali strati di idrossido metallico, utilizza l'acido cloridrico al 3% per ammorbidire lo strato e poi risciacqua accuratamente
- per la pulizia del setto poroso in materiale ceramico, usa carta abrasiva fine limando delicatamente in una sola direzione.

### 5.3.9 Ripristino livello KCl nell'elettrodo di pH

Il riempimento avviene attraverso l'apertura sull'albero in vetro. Il consumo medio del KCl deve essere di circa 1 – 10 ml al giorno.

### 5.3.10 Sonda di temperatura

Il controllo della sonda di temperatura viene fatto ogni 3 mesi mediante simulazione con una normale resistenza a decadi tra 0 e 40 °C (vedi paragrafo 8.9.2 del Manuale operativo Endress+Hauser Liquisys M CCM 223/253 – BA 214C/16/it/09.00).

Al termine di ciascuna delle attività sopradescritte l'operatore inserisce i sensori nel sistema di misura assicurandosi del corretto assemblaggio.

## 6 Registros

La registrazione delle attività richiamate nella presente istruzione, specificandone le responsabilità e le modalità di archiviazione.

Tipo di documento	Archiviazione	Responsabile
"SCHEMA DI CALIBRAZIONE TRASMETTITORE DI CLORO-CCM 253" (MOD 02)	Archivio Ambientale – AAI -CT	Tecnico Op. Manutenzione Elettrostrumentale Assistente di Manutenzione

Insieme alla scheda di registrazione è opportuno allegare:

- il certificato del sensore (al suo primo utilizzo)
- il certificato delle soluzioni tamponi utilizzate
- il certificato dello strumento operatore.

REV.	DATA	CAUSALE
0	04/10/06	Prima emissione
1	09/09/08	Modifica paragrafo 5.2

<b>Redatta da:</b>	<b>Verificata da:</b>	<b>Approvata da:</b>
	 TEC. MAN.	 RSM