

PharmaHemp d.o.o., Koprška ulica 106C, SI-1000 Ljubljana, Slovenija		PharmaHemp®
NAVODILO ZA DELO Z DESTILATORJEM PILODIST SP 1000 CC		
Veljavno od:	Veljavno do:	Šifra: NZD-PRO-020
		Verzija: 03
		Priloge: 3
Izdelal: Klemen Božnik	Pregledal: Gregor Gabron	Odobril: Tine Lavrič

POVZETEK SPREMEMB

Verzija	Opis
01	Prva izdaja
02	Dodano poglavje 5.3, popravljen dnevnik uporabe.
03	Dodano poglavje navodila za varno delo

RAZLAGA KRATIC IN POJMOV

NZD	Navodilo za delo
------------	------------------

KAZALO

1. NAMEN IN PODROČJE UPORABE	2
2. ODGOVORNOSTI	2
3. MATERIAL IN OPREMA	2
3.1 Oprema	2
3.2 Materiali	2
4. POSTOPKI.....	3
4.1 Izgled naprave	3
4.2 Mešalni pogon	6
4.2 Senzor visokega vakuumu	7
4.3 Delovanje v vakuumu.....	7
4.4 Ogrevalni cirkulator-hladilni termostat	8
5. ZAHTEVE IN NAVODILA ZA UPORABO	9
5.1 Navodila za uporabo	9
5.2 Čiščenje destilatorja	9
5.3 Periodično vzdrževanje destilatorja	10
6. REFERENCE	11
7. PRILOGE	11

NAVODILO ZA DELO Z DESTILATORJEM PILODIST SP 1000 CC	Pharma  Hemp®
	Šifra: NZD-PRO-020
	Verzija: 03

1. NAMEN IN PODROČJE UPORABE

Namen tega postopka je opis uporabe in vzdrževanja destilatorja Pilodist SP 1000 CC. Destilator se uporablja za destilacijo viskoznih kapljev, ki vsebujejo kanabinoide, predvsem za namen prečiščevanja.

2. ODGOVORNOSTI

Za seznanitev in upoštevanje navodila za delo je odgovorno osebje zaposleno v organizacijski enoti Proizvodnja (PRO).

3. MATERIAL IN OPREMA

3.1 Oprema

- PR-040 Destilator Pilodist SP 1000 CC.

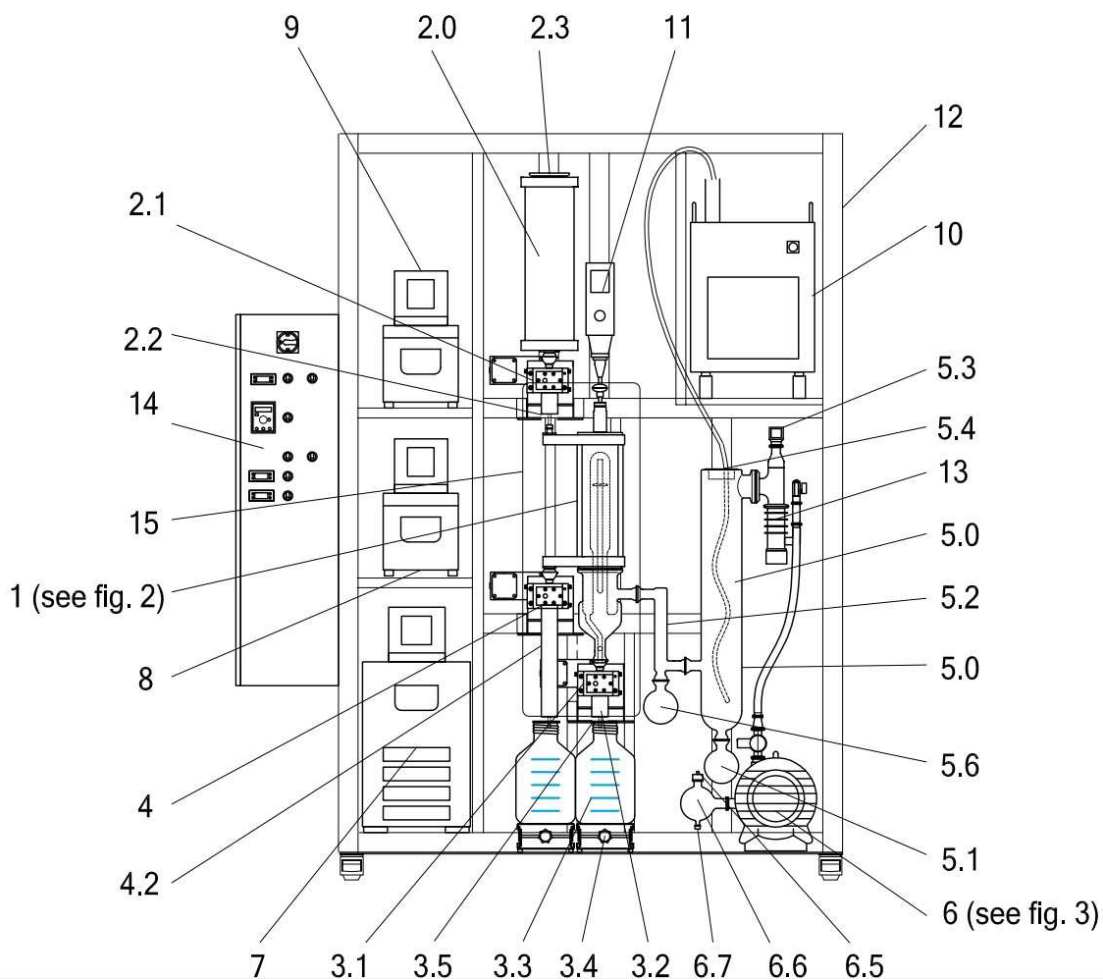
3.2 Materiali

- Suhe krpe za brisanje,
- Izopropanol.

4. POSTOPKI

4.1 Izgled naprave





Slika 1: Destilator

1	Evaporator	5.4	Hladni prst z adapterjem
2.0	Posoda za dohranjevanje	5.6	Zbiralnik povezovalnega člena za vakuum
2.1	Črpalka za dohranjevanje	6.0	Drсна vakuumska črpalka
2.2	Grelec cevi za dohranjevanje	6.5	Izpust vakuumske črpalke
2.3	Pokrov posode za dohranjevanje	6.6	Zbiralnik vakuumske črpalke
3.1	Črpalka za destilat	6.7	Izpust zbiralnika vakuumske črpalke
3.2	Grelec cevi za destilat	7.	Termostat za kondenzator
3.3	Posoda za destilat	8.	Termostat za evaporator
3.4	Platforma za destilat	9.	Termostat posode za dohranjevanje
3.5	Zaščitni zaslon	10	Imerzijski hladilnik za hladno past
4.	Črpalka ostanka	11.	Mešalo
4.2	Grelec cevi ostanka	12.	Ohišje
5.0	Hladni prst	13.	Difuzijska črpalka
5.1	Zbiralnik za hladni prst	14.	Elektro omarica s kontrolerji
5.2	Povezovalni člen za vakuum	15.	Varnostni list
5.	Senzor visokega pritlaka	5.4	Pokrov hladnega prsta

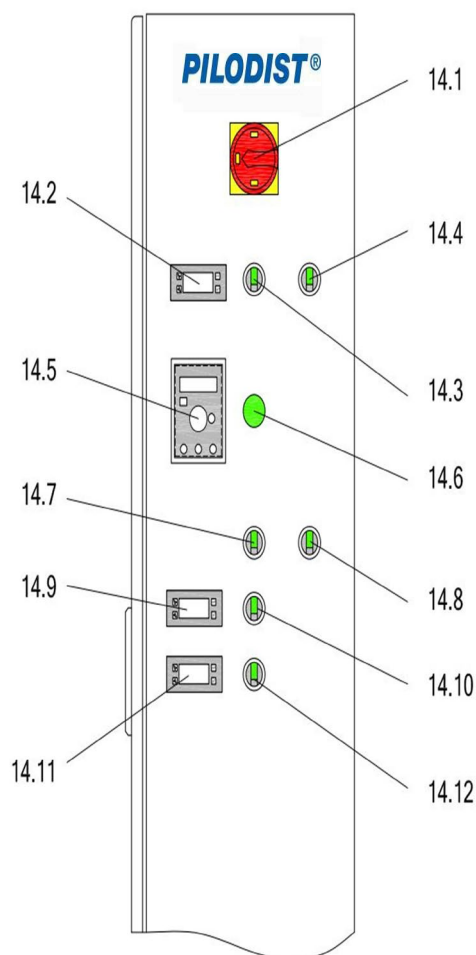
NAVODILO ZA DELO Z DESTILATORJEM PILODIST SP 1000 CC

Pharma Hemp®

Šifra: NZD-PRO-020

Verzija: 03

Št.	Oznaka	Razlaga
14.1	Glavno stikalo	Glavno stikalo (main switch) uporabljamo za vklop in izklop celotnega sistema. Ko je stikalo v položaju "OFF", je stroj izključen, ko je v položaju "ON", se stroj vklopi.
14.3	Stikalo vakuumske drsne črpalke	Stikalo uporabljamo za vklop in izklop drsne črpalke. Če je stikalo v navpičnem položaju je črpalka izključena, z obratom stikala v poševni položaj se črpalka vključi.
14.4	Stikalo vakuumske difuzijske črpalke	Stikalo uporabljamo za vklop in izklop difuzijske črpalke. Če je stikalo v navpičnem položaju, črpalka je izključena, ko je v poševnem položaju, se črpalka vklopi.
14.7	Stikalo za izpust ostanka	Stikalo uporabljamo za vklop in izklop črpalke za izpust ostankov. Če je stikalo v navpičnem položaju, črpalka je izključena, ko je v poševnem položaju, se črpalka vklopi.
14.8	Stikalo za izpust destilata	Stikalo uporabljamo za vklop in izklop črpalke za izpust destilata. Če je stikalo v navpičnem položaju, črpalka je izključena, ko je v poševnem položaju, se črpalka vklopi.
14.10	Stikalo gretja zobniške črpalke za izpust destilata	Stikalo gretja črpalke za izpust ostankov. Če je stikalo v navpičnem položaju, grelnik črpalke je izključen, ko je v poševnem položaju, se grelnik vklopi.
14.12	Stikalo gretja zobniške črpalke za izpust ostanka	Stikalo gretja cevi za izpust ostankov. Če je stikalo v navpičnem položaju, grelnik cevi je izključen, ko je v poševnem položaju, se grelnik vklopi.



Osvetljen barvni zaslon na terminalu. Zaslon služi le prikazovanju podatkov in nastavitvev, vendar lahko določimo nastavitve in izvršujemo ukaze.

Št.	Poimenovanje	Razlaga
14.2	Kontrolor vakuumu	Sistem je opremljen z vakuumskim regulatorjem, ki se nahaja na sprednji strani krmilne omare (Slika 2). Ta krmilnik je povezan s senzorjem z nizkim vakuumom, ki deluje v območju 0,1 - 100,0 Torr. Ko je tlak v sistemu zunaj tega območja, krmilnik sproži napako E-05 (Slika 3). Nekaj sekund po zagonu drsne črpalke se tlak v sistemu zmanjša, regulator bo prikazal dejansko izmerjeno vrednost (Slika 4). Zgornja vrstica (zelene barve) opisuje dejanski tlak v sistemu, spodnja vrstica (rdeče barve) pa nastavljeno točko. Za nastavitve vrednosti tlaka uporabimo gumb GOR in DOL na vakuumskem regulatorju (Slika 4). Sistem bo samodejno sledil

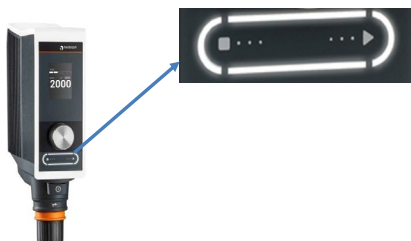


Vakumski kontroler v napaki

NAVODILO ZA DELO Z DESTILATORJEM PILODIST SP 1000 CC	Pharma  Hemp®
	Šifra: NZD-PRO-020
	Verzija: 03

		nastavljeni točki. Ko je dosežena nastavljena vrednost, regulator začne delovati z vakuumskim ventilom, da ohranja tlak na nastavljeni točki. Uporabite drsno črpalko za delovanje sistema pod tlakom v območju od 100,0 Torr do 0,5 Torr. Če je potreben večji vakuum, aktivirajte stikalo difuzijske črpalke.	
14.5	Kontrolor črpalke za dohranjevanje		Za vklop črpalke pritisnite gumb HAND ON (14.6 Slika 2). Krmilnik sproži dejansko porabo črpalke (ko je sistem vključen se prižge tudi zelena LED luč). Za nastavitev hitrosti podajanja uporabite gumb GOR in DOL. Za zaustavitev črpalke pritisnite tipko Off Reset.
14.6	Indikator delovanja črpalke za dohranjevanje		Zelena LED luč je prižgana, ko je vklopljena črpalka napajalnega gonila in obratno ko je ugasnjena
14.9	Kontroler grelca za izpust vzorca.		Krmilnik grelnika črpalke za izpust vzorca. Krmilnik je potreben za nastavitev in vzdrževanje konstantne temperature v črpalki za izpust vzorca. Višja temperatura zagotavlja, da se prepreči kristalizacija vzorca v črpalki.
14.11	Krmilnik grelnika cevi za izpust ostankov.		Običajno ima ostanek višje tališče kot prvotni vzorec in ga je treba bolj segreti, da preprečimo kristalizacijo. Za vklop teh grelnikov uporabite stikali 14.10 in 14.12. Za nastavitev nastavljene temperature uporabite gumba GOR in DOL na krmilniku grelca, prikazana na sliki.

4.2 Mešalni pogon



Mešalni pogon je povezan z valji (ščetkami), ki se nahajajo znotraj uparjalnika. Med delovanjem ti valji ustvarijo tanek film vzorca na površini uparjalnika.

- Za vklop pogona mešalnika povlecite od leve proti desni strani gumba (■.....▶).
- Z vrtenjem gumba prilagodite mešalno mero.
- POZOR: ne prekorači 500 vrtljajev na minuto, ker lahko poškoduje steklo zaradi previsoke centrifugalne sile.

- Ščetk ne pustite, da dlje časa tečejo v suhem uparjalniku, če v njem ni vzorca, saj lahko poškoduje tudi steklo. Če želite mešalnik ustaviti, samo povlecite gumb (■..... ►) v nasprotni smeri.



4.3 Senzor visokega vakuumu

Difuzijska črpalka lahko ustvari zelo visok vakuum do 1×10^{-5} Torr.

Za merjenje tako visokega vakuumu se uporablja drugi vakuumski senzor. Dejanski tlak lahko preberete iz nastavka, kot je prikazano na sliki.

4.4 Delovanje v vakuumu

Oprema za vakuum je zaščitena pred nekondenziranimi hlapi z visoko zmogljivim hladilnim prstom.



Potopni hladilniki JULABO FT 400 se uporabljajo za hlajenje tekočin pri delovnih temperaturah od $+50^{\circ}\text{C}$ do -90°C . Ta enota je običajno nameščena na dovodu ogrevalne cirkulatorje za odvzem toplote. Potopni hladilnik se vklopi in izklopi z omrežnim stikalom (Slika 11). Zasvetila bo kontrolna lučka v stikalu.



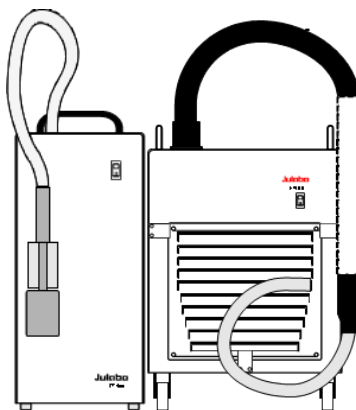
Uporaba vakuumске opreme brez hladilnega prsta lahko povzroči prezgodnjo obrabo ali poškodbo vakuumске opreme.



Potopni hladilnik naj deluje vsaj 1 uro pred destilacijo pod znižanim tlakom. Hladilni prst mora biti dovolj hladen, preden se vakuumska črpalka zažene.



Etanol je izjemno higroskopska tekočina. Med običajnim delovanjem hladnega prsta mora biti etanol pronicljiv in popolnoma čist. Če opazite kakršne koli vodne kristale, hladni prst takoj napolnite s svežim in suhim etanolom.



4.5 Ogrevalni cirkulator-hladilni termostat

Ogrevalni cirkulator-hladilni termostat sistem sestavljen je iz treh komponent z vlogo vzdrževanja stabilnih temperatur treh tekočin, ki se uporabljajo pri destilaciji.



1) **Julabo–Corio-CD- BC4-CD – 200F** uporablja se za ogrevanje vzorca s sistemom za kroženje tople vode. Medij je destilirana voda, in priporočena temperatura za vzorce je 80 °C.



2) **Julabo-DYNEO-DD-e** služi za vzdrževanje temperature hladilne vode destilacijskega sistema. Medij je destilirana voda, in priporočena temperatura za vzorce je 60 °C.



NAVODILO ZA DELO Z DESTILATORJEM PILODIST SP 1000 CC	Pharma  Hemp®
	Šifra: NZD-PRO-020
	Verzija: 03

3) Julabo-CP-BC-e služi za vzdrževanje temperature olja MCT, ki maže mešalni sistem. Temperatura olja MCT označuje temperaturo, pri kateri bo vzorec destiliran. Medij je MCT olje, priporočena temperatura je od 140 °C - 180 °C.

5. ZAHTEVE IN NAVODILA ZA UPORABO

Destilator lahko uporabljamo v primeru, da izpolnjujemo naslednje zahteve:

- vzorec, ki ga je treba destilirati, mora biti popolnoma tekoč,
- v destilatorju uporabljamo samo surovine, ki ne vsebujejo trdnih delcev, večjih od 10 mikronov,
- po potrebi (če so prisotni delci v olju) je nujno filtrirati vzorec, preden ga vlijete v napravo,
- pri operacijah v vakuumu treba aktivirati potopni hladilnik eno uro pred operacijo,
- aktivnosti uporabe in zahtevane dodatne podatke beleži v dnevniku za napravo.

Navodila za uporabo

1. Obrni glavno stikalo na ON.
2. Vklopi potopni hladilnik za hladni prst eno uro pred začetkom destilacije, da se doseže delovna temperatura.
3. Vklopi in nastavi grelce (temperaturo MCT olja, temperaturo gretja za posodo za dohranjevanje in temperaturo hladilnika).
4. V posodo za dohranjevanje vlij vzorec, če vzorec še ni pripravljen lahko pričneš z naslednjim korakom, vendar je potrebno imeti spodnjo odprtino, kjer izteka vzorec zaprto s čepom. V tem primeru, da vzorec dodajaš naknadno, odstrani zamašek šele takrat, ko že imaš vzorec v posodi za dohranjevanje.
5. Vklopi drsno črpalko (vakuum mora pasti na vrednost 10^{-2}).
6. Vklopi difuzijsko črpalko (končni vakuum mora pasti na vrednost 10^{-4}).
7. Vklopi dozirno črpalko za doziranje dovoda z zeleno hitrostjo pretoka.
8. Prižgi vrtenje (150 rpm).
9. Prižgi grelec črpalke za izpust ostanka in grelec cevi za izpust ostanka.
10. Ko se opazi, da se nam prične izločati destilat ali ostanek. Prižgi črpalko za izpust ostanka in črpalko za izpust destilata Opomba: ko vzorca za izločanje zmanjka je potrebno obe pumpi tudi ugasiti in na novo prižgemo, ko je to spet potrebno.
11. Na polovici porabljenega vzorca je potrebno vzeti vzorec za analizo (destilat in preostanek).
12. Še preden se ves vzorec porabi je potrebno izklopiti črpalko za dohranjevanje.
13. Vrtenje pustimo še 10 min. Po 10 min ponovno odlijemo destilat in ostanek in smo pripravljeni za naslednjo destilacijo. Ugasnemo črpalko za izpust ostanka in črpalko za izpust destilata.
14. Nastavimo parametre za naslednjo destilacijo. Počakamo, da nam tlak pade na $< 3,0 \times 10^{-3}$. Nato se ponovno vrnemo k koraku 8.

5.1 Čiščenje destilatorja

1. Po končani destilaciji je potrebno očistiti sistem v dveh korakih. Prvi korak – čiščenje z MCT oljem je potrebno izvesti takoj po končani destilaciji zaradi preprečevanja možnosti izsušitve ostankov po končanem delu. Sistem mora pred zaključkom tega dela ostati na sobni temperaturi. Drugi korak je čiščenje z izopropilnim alkoholom. Ta korak se lahko opravi tudi, kasneje, ko se sistem ohladi.
2. Izklopi vakuumsko difuzijsko črpalko
3. Vlij v posodo za vzorec 500 ml MCT olja. V kolikor so višje na stenah prisotni ostanki vzorca, jih splakni z MCT oljem.
4. Zobniško črpalko nastavi na 25 Hz in temperaturo destilacije na 160°C pred pričetkom čiščenja.
5. Začni s čiščenjem. Ventila za destilat in za ostanek postopoma odpiraj.

6. Po 5 minutah čiščenja zapri ventila za destilat in ostanek ter počakaj pet minut. Na ta način se bo zaradi nabiranja MCT olja splaknilo že ostanke višje po ceveh.
7. Ponovi korake čiščenja z MCT oljem z odprtima ventiloma za destilat in ostanek in tako zaključi čiščenje z oljem.
8. V posodo za dohranjevanje vlij cca. 100 ml Izopropanola.
9. Zobniško črpalko nastavi na 20 Hz in temperaturo destilacije na 120 °C,
10. Prični s čiščenjem, postopoma odpiraj ventila za destilat in ostanek.
11. Ko sta izcedka iz ventilov za destilat in ostanek čista, zaključi s čiščenjem z izopropanolom.
12. Čiščenje nadaljuj z MCT oljem, s čimer dosežeš podmazovanje gibljivih delov sistema.
13. Dodaj 100 g MCT olja v posodo za vzorec. Nastavi zobniško črpalko na 20 Hz in temperaturo destilacije na 120 °C.
14. Zaženi črpalko za dohranjevanje. Ko se posoda z vzorcem izprazni zaženi še črpalke za destilat in ostanek. Ko se sistem izprazni, ustavi vse črpalke.
15. Ugasni sistem.

5.2 Periodično vzdrževanje destilatorja

- 1 krat letno je potrebna menjava vseh tesnil na napravi oz. ob pojavu nepravilnega delovanja, ki bi lahko imela vzrok v izrabljenih tesnilih.
- Vsakih 6 mesecev je potrebna menjava olja v difuzijski črpalke.

Menjavo mora opraviti pooblaščen servis ali usposobljeno osebje v podjetju.

5.3 Navodila za varno delo

- Pri delu z napravo uporabljaj zaščitne rokavice in očala. Med obratovanjem naprave v primeru možnega stika z napravo uporabljaj rokavice za delo z vročimi predmeti.
- Med obratovanjem naprave imej vrata naprave zaprta zaradi večje varnosti. Obstaja sicer zelo majhna nevarnost implozije v primeru poškodovanih steklenih delov zaradi visokih vakuumov.
- Temperature vodnih in oljne kopeli so visoke – vodne do 100°C, oljne do 200°C zato se jih med obratovanjem naprave ne dotikaj, upravljaš jih lahko prek tipkovnice na napravi.
- Temperatura evaporatorja je identična tej v oljni kopeli, če je ta v obratovanju. Ker je ta del naprave lahko vroč, se ga med obratovanjem ne dotikaj.
- Ogrevana voda za izpust destilata in ostanka predstavlja nevarnost za opekline, zato se ju med obratovanjem naprave ne dotikaj.
- Vse posege na napravi razen destilacije opravljaj le, ko je naprava hladna in v mirovanju.
- Na napravi sta nameščena opozorilna znaka ki opozarjata na prisotnost vročih delov in možnost implozije.



NAVODILO ZA DELO Z DESTILATORJEM PILODIST SP 1000 CC	Pharma  Hemp®
	Šifra: NZD-PRO-020
	Verzija: 03

6. REFERENCE

- Navodila za uporabo destilatorja Pilodist SP 1000 CC
- ISO 9001:2015 - Sistemi vodenja kakovosti - Zahteve
- ISO/IEC 17025:2017 - Splošne zahteve za usposobljenost preskuševalnih in kalibracijskih laboratorijev
- ISO 22000:2018 - Sistemi vodenja varnosti živil - Zahteve za vsako organizacijo v prehranski verigi
- ISO 22716:2007 - Kozmetika - Dobra proizvodna praksa (GMP) - Smernice za dobro proizvodno prakso
- Smernice z dne 19. marca 2015 o načelih dobre distribucijske prakse za zdravilne učinkovine za zdravila za uporabo v humani medicini (2015/C 95/01) (GDP)

7. PRILOGE

- Priloga 1: Dnevnik uporabe
- Priloga 2: List usposabljanja/seznanjenosti
- Priloga 3: Zgodovina dokumenta

NAVODILO ZA DELO Z DESTILATORJEM PILODIST SP 1000 CC

PRILOGA 1: Dnevnik uporabe



Šifra: OBR1-NZD-PRO-020

Verzija: 03

Stran ____ od ____

Datum, podpis	Namen uporabe (Št. serije, posegi..)	Dosežen tlak z drsko črpalko (Torr)	Dosežen tlak z difuzijsko črpalko(Torr)	Dosežen delovni tlak (Torr)	Čas od zagona do začetka destilacije (min)	Masa vhodne surovine (g) in ser. št.	Masa destilata (g)	Masa ostanka (g)

NAVODILO ZA DELO Z DESTILATORJEM PILODIST SP 1000 CC

PRILOGA 2: List seznanjenosti

 Šifra: **NZD-PRO-020**

 Verzija: **03**

Obseg usposabljanja	
Obseg seznanjenosti	PRO

Ime in priimek	Org. enota	Delovno mesto	U – Usposabljanje S – Seznanjenost	Datum	Podpis
Ambrož Srčič	PRO	APW	☐ U ☐ S		
Ana Žagar	PRO	MAN	☐ U ☐ S		
Anita Stupar	PRO	JPM	☐ U ☐ S		
Barbara Fortun	PRO	JPM	☐ U ☐ S		
Edis Šekić	PRO	JPA	☐ U ☐ S		
Matija Rudolf	PRO	PRW	☐ U ☐ S		
Mojca Ban	PRO	PRW	☐ U ☐ S		
			☐ U ☐ S		
			☐ U ☐ S		
			☐ U ☐ S		
			☐ U ☐ S		
			☐ U ☐ S		
			☐ U ☐ S		
			☐ U ☐ S		
			☐ U ☐ S		

NAVODILO ZA DELO Z DESTILATORJEM PILODIST SP 1000 CC PRILOGA 3: Zgodovina dokumenta	Pharma  Hemp®
	Šifra: NZD-PRO-020
	Verzija: 03

Verzija	Razlog za spremembo	Veljavno od	Zamenjano z novo verzijo (datum, podpis)
01	Prva izdaja	04. 03. 2021	25. 11. 2021
02	Dopolnjen dnevnik za uporabo na predlog CTO z namenom zagotavljanja preglednih informacij na enem mestu izven proizvodnih poročil. Dodano poglavje 5.3 Periodično vzdrževanje destilatorja na podlagi novih informacij s strani dobavitelja naprave.	26. 11. 2021	
03	V skladu z zapisom s presoje po standardu ISO 9001, PHARMAHEMP doo-ISO 9001-SURV1_1-AR-18052022_CF je dodano poglavje 4.3 Navodila za varno delo.		