|  |
| --- |
| **UBND TỈNH LÂM ĐỒNG****TRƯỜNG CAO ĐẲNG ĐÀ LẠT****GIÁO TRÌNH****MÔ ĐUN: KỸ THUẬT SẮC KÝ****NGÀNH/: CÔNG NGHỆ SINH HỌC****TRÌNH ĐỘ: CAO ĐẲNG***Ban hành kèm theo Quyết định số:           /QĐ-... ngày ………tháng.... năm……...........……… của …………………………………..*         **Lâm Đồng, năm 2018** |

**TUYÊN BỐ BẢN QUYỀN**

Tài liệu này thuộc loại sách giáo trình nên các nguồn thông tin có thể được phép dùng nguyên bản hoặc trích dùng cho các mục đích về đào tạo và tham khảo.

Mọi mục đích khác mang tính lệch lạc hoặc sử dụng với mục đích kinh doanh thiếu lành mạnh sẽ bị nghiêm cấm.

**LỜI GIỚI THIỆU**

*Giới thiệu xuất xứ của giáo trình, quá trình biên soạn, mối quan hệ của giáo trình với chương trình đào tạo và cấu trúc chung của giáo trình.*

Giáo trình được tác giả biên soạn nhằm mục đích giảng dạy công nghệ sinh học, trình độ cao đẳng. Trang bị những kiến thức, kỹ năng cơ bản nhất về kỹ thuật sắc ký ứng dụng trong công nghệ sinh học; giúp sinh viên mô tả được những khái niệm, nguyên tắc, phân loại kỹ thuật sắc ký. Hướng dẫn thực hiện kỹ thuật sắc ký khí và kỹ thuật sắc khí lỏng, tính ứng dụng. Giáo trình có mối quan hệ với các mô đun như an toàn phòng thí nghiệm, thực hiện quy trình sinh học, chuẩn bị dung dịch làm việc, hóa sinh, hóa phân tích

*Lời cảm ơn của các cơ quan liên quan, các đơn vị và cá nhân đã tham gia.*

Để góp phần hoàn thành giáo trình, tác giả xin trân trọng cảm ơn:

Ban Giám Hiệu, tập thể giảng viên Khoa Nông nghiệp và Sinh học ứng dụng, phòng Đào tạo trường Cao đẳng Đà Lạt

Lâm Đồng ngày 15 tháng 10 năm 2018

**GIÁO TRÌNH MÔ ĐUN**

**Tên mô đun: Kỹ thuật sắc ký**

**Mã mô đun: MĐ 17**

**Vị trí, tính chất, ý nghĩa và vai trò của môn học/mô đun:**

- Vị trí: Là mô đun chuyên ngành được học sau các môn học chung và các môn học/mô đun kỹ thuật chuyên ngành trong chương trình môn học bắt buộc trình độ cao đẳng công nghệ sinh học

- Tính chất: Là mô đun đạo tạo vừa lý thuyết và thực hành, mô đun có tính ứng dụng công nghệ trong sản xuất nông nghiệp, công nghệ sinh học, công nghệ chế biến thực phẩm.

- Ý nghĩa và vai trò của mô đun: giúp sinh viên mô tả và ứng dụng được những kỹ thuật cơ bản về kỹ thuật sắc ký trong lĩnh vực công nghệ sinh học.

**Mục tiêu của môn học/mô đun:**

+ Về kiến thức:

- Trình bày được các nguyên tắc ghi sắc kí và khái niệm liên quan tới vận hành thiết bị, chuẩn bị và tiến hành thử nghiệm vật liệu

- Trình bày được việc xử lý các hóa chất không ổn định hoặc độc hại và mẫu và /hoặc tính chất dễ vỡ và không bền của vật liệu sinh học

- Trình bày được các quy trình chuẩn bị mẫu

- Sử dụng được kỹ thuật sắc ký để phân tích định lượng và định tính

- Phân tích được chức năng của những bộ phận của công cụ

- Mô tả được tác dụng của các phương pháp ghi sắc ký dùng trong phân tích và chuẩn bị các mẫu cụ thể

- Giải thích được ảnh hưởng tới đầu ra và kết quả của việc thay đổi các thông số của thiết bị (ví dụ: nhiệt độ tiêm, tốc độ chảy của dòng khí, áp lực cột, loại cột đo và loại máy cảm biến)

- Mô tả được quy trình tối ưu hóa quá trình tách thông qua thay đổi thông số vận hành (ví dụ: các kỹ thuật bơm phun, loại dung môi, kích thước mẫu và khâu chuẩn bị mẫu)

- Giải thích được quy trình và thiết bị cơ bản để khắc phục các lỗi kỹ thuật

- Chuẩn bị và sử dụng được các đồ thị hiệu chuẩn và/hoặc các tiêu chuẩn hiệu chuẩn

- Tính toán được các bước để thu được kết quả với độ chính xác và đơn vị phù hợp

- Giải thích được các yêu cầu của doanh nghiệp và/hoặc yêu cầu pháp lý về khả năng truy xuất dấu vết

- Mô tả được các quy trình bảo trì thiết bị căn bản và các yêu cầu có liên quan về sức khỏe an toàn và môi trường

+ Về kỹ năng:

- Phân tích được các yêu cầu của khách hàng, thuyết minh các phương pháp thử nghiệp và quy trình thử nghiệm

- Thiết lập và tắt được thiết bị sử dụng trong các quy trình của doanh nghiệp

- Kiểm tra được tình trạng hiệu chuẩn/điều kiện của các thiết bị

- Chuẩn bị được mẫu tiêu chuẩn và mẫu xét nghiệm

-Thiết lập và duy trì được một số lượng lớn các cột ghi sắc ký

- Lựa chọn và tối ưu hóa được các thiết lập cho các quy trình và thiết bị để phù hợp với yêu cầu cùa thử nghiệm/mẫu

- Vận hành được các thiết bị để thu được thông tin hợp lệ và đáng tin cậy

- Áp dụng được các điều chỉnh đã được phê duyệt

- Nhận ra được các dữ liệu/kết quả bất thường

- Xác định và tính toán được nguồn gốc tiềm năng của các bất ổn

- Khắc phục được các vấn đề xảy ra với quy trình và thiết bị thông thường

- Áp dụng được kiến thức lý thuyết để giải thích dữ liệu và đưa ra các quyết định có liên quan

- Ghi lưu và báo cáo được dữ liệu/kết quả phù hợp với các quy trình trong doanh nghiệp

- Duy trì được tính bảo mật, tính toàn vẹn và tính có thể truy xuất được của mẫu và tài liệu

- Thực hiện tuân thủ được các quy trình sức khỏe và an toàn nghiệp (OHS) và quy tắc thực hành tốt phòng thí nghiệm (GLP)

+ Về năng lực tự chủ và trách nhiệm:

- Sinh viên có khả năng làm việc theo nhóm, có khả năng ra quyết định khi làm việc với nhóm, tham mưu với người quản lý và tự chịu trách nhiệm về các quyết định của mình

- Có khả năng tự nghiên cứu, tham khảo tài liệu có liên quan đến mô đun.

- Có khả năng tìm hiểu tài liệu để làm bài thuyết trình theo yêu cầu của giáo viên.

- Có khả năng vận dụng các kiến thức liên quan vào các môn học tiếp theo.

- Có ý thức, động cơ học tập chủ động, đúng đắn, tự rèn luyện tác phong làm việc công nghiệp, khoa học và tuân thủ các quy định hiện hành

**Nội dung của mô đun:**

**Bài 1: Xác định nhu cầu khách hàng và phân tích kế hoạch**

**Mã bài: 01**

**Giới thiệu:**

Bài học giới thiệu về xác định nhu cầu khách hàng và phân tích kế hoạch

**Mục tiêu:**

Liên lạc với khách hàng hoặc người cung cấp mẫu để xác định nhu cầu khách hàng và lịch sử mẫu

Ghi rõ mô tả mẫu, so sánh với các đặc tính kỹ thuật và ghi lại và báo cáo những sai lệch

Xác định các mẫu không thường xuyên và có thể cần thiết thay đổi quy trình

Tìm kiếm lời khuyên từ người giám sát về bất kỳ sự thay đổi được đề xuất và tại liệu đề phải được phê duyệt

Phân tích lịch sử dụng quy trình doanh nghiệp

**Nội dung:**

Ghi rõ mô tả mẫu, so sánh với các đặc tính kỹ thuật và ghi lại và báo cáo những sai lệch

Độ chính xác của kiểm tra dựa trên sự chính xác của việc lấy mẫu. Không, ngay cả những phòng thí nghiệm được trang bị tốt nhất cũng có thể có những sai lầm trong cách lấy

mẫu. Tệ hơn nữa, những quyết định sản xuất và quản lý dựa trên sự chính xác của kết quả kiểm tra có thể vô dụng hoặc gây nhầm lẫn bởi kỹ thuật lấy mẫu sai.

Tiêu chuẩn xác định số mẫu tối thiểu phải được yêu cầu để cung cấp tính đại diện số lượng cho mẫu. Đó là mong muốn, thường có thể được thoả thuận với khách hàng, để tăng số lượng mẫu khi đó là hiển nhiên hoặc và các biến đổi lớn trong mẫu.

Có thể tăng lượng mẫu được lấy lên thành 5 bộ (hoặc nhiều hơn). Mỗi đơn vị tăng lên sẽ tương ứng với giá trị.

Một bộ 5 hoặc nhiều mẫu tăng lên kết hợp với sự pha trộn kỹ lưỡng để tạo thành một

mẫu có thành phần đồng nhất. Số lượng mẫu phụ thộc vào tổng số lượng vật liệu mà nó đại diện. Một số lượng lớn mẫu cần thiết tương ứng với lượng mẫu vật liệu lớn.

Các ứng dụng xu hướng của sản phẩm sẽ, trong một số phần, xác định tần số kiểm tra.

Các sản phẩm quan trọng sẽ được áp dụng quy trình kiểm soát chất lượng nghiêm ngặt hơn.

Một số đặc tính sản phẩm được coi là quan trọng hoặc tương tự có thể thay đổi, vì vậy tần số lấy mẫu có thể lớn hơn cho những kiển tra này.

Việc mô ta mẫu được ghi lại trong bảng kiểm tra. Các đặc tính của mẫu kết hợp với đặc tính của chúng được ghi vào các mẫu nhận bởi khách hàng. Nếu có bất kỳ sự khác biệt nào thì phải ghi chú trên bảng kiểm tra và báo cáo với người giám sát và phản hồi lại khách hàng.

**1. Xác định các mẫu không thƣờng xuyên và có thể cần thiết thay đổi quy trình**

Các mẫu thông thường có thể được xử lý hàng ngày trong phòng thí nghiệm. Có một số quy trình chuẩn được thành lập để phân tích những mẫu như vậy. Tuy nhiên, có lúc có một số mẫu hoặc vài lô hàng cần chú ý đặc biệt. Những mẫu đó phải cần có quy trình được thay đổi được tuân theo.

**2. Tìm kiếm lời khuyên từ ngƣời giám sát về bất kỳ sự thay đổi đƣợc đề xuất và tại**

**liệu đề phải được phê duyệt**

Nếu bạn cần xử lý các mẫu không thươngf xuyên và không thể tìm thấy quy trình tác nghiệp cho chúng, bạn cần phải báo cáo với người giám sát. Có thể có một số thay đổi nhỏ trong quy trình tác nghiệp sẽ được đề suất dựa trên bản chất của mẫu.

**3. Phân tích lịch sử dụng quy trình doanh nghiệp**

Phân tích kế hoạch sẽ cần thực hiện với sự tư vấn của giám sát của bạn. Có một bộ quy trình, bảng phân công và chính sách quản lý việc phân tích các mẫu.

**Bài 2: Chuẩn bị mẫu và tiêu chuẩn**

**Mã bài: 02**

**Giới thiệu:**

 Bài học giới thiệu về phương pháp chuẩn bị mẫu và các tiêu chuẩn về chuẩn bị mẫu cho giai đoạn chạy mẫu

**Mục tiêu:**

- Thu nhận một phần phân tích đại diện của các mẫu trong phòng thí nghiệm

 - Chuẩn bị mẫu theo yêu cầu kiểm tra

 - Chuẩn bị kiểm tra xác nhận cho phần phân tích

**Nội dung:**

**1. Thu nhận một phần phân tích đại diện của các mẫu trong phòng thí nghiệm**

Lấy mẫu đại diện

Chúng tôi lấy mẫu và thử nghiệm để duy trì chất lượng sản phẩm và đảm bảo rằng việc sản xuất có tác động môi trường tối thiểu. Các nguyên liệu được lấy mẫu có thể là nguyên liệu thô hoặc sản phẩm cuối cùng sau khi đã được chế biến (trộn, hệ thống sưởi, phản ứng tách). Trong hầu hết các ngành công nghiệp, các sản phẩm chất thải cần phải được lấy mẫu và thử nghiệm trước khi được thải.

Nguyên liệu có thể được thử nghiệm để đánh giá khả năng của nó có phù hợp để làm sản phẩm tốt. Sản phẩm cuối cùng là thử nghiệm để xem nếu nó đáp ứng thông số kỹ thuật của khách hàng. Những đặc điểm này rất quan trọng vì chúng mô tả các loại vật liệu mà khách hàng yêu và trả tiền. Cung cấp các sản phẩm không đúng có thể dẫn đến thất bại tốn kém và nguy hiểm.

Lấy mẫu và thử nghiệm bất cẩn có thể bị mất khách hàng hoặc thậm chí dẫn đến những hậu quả nghiêm trọng hơn.

Nếu sản phẩm

đắt tiền hơn đặt hàng và trả tiền cho, được gửi đến khách hàng, một doanh nghiệp có thể bị mất tiền. Nếu vật liệu bị ô nhiễm sẽ được gửi đến một bộ xử lý thực phẩm, nó có thể dẫn đến bệnh tật hoặc mtử vong.

Nói chung, các mẫu phải đại diện cho toàn bộ để các mẫu phân tích có thành phần trung bình tương tự như các mẫu lớn hơn từ đó thu được. Phần kiểm tra thường là ít hơn một gram vật liệu và có thể được yêu cầu phải thể hiện đúng một thùng dầu, một xe tải của hạt, một thùng rượu, một tàu quặng.

**Làm thế nào để lấy mẫu từ một lô hàng 50.000 tấn than trong một tàu chở hàng rời**

Một số lượng lớn mẫu thu được đầu tiên. Điều này có thể là vài tấn nguyên liệu chuyển trong quá trình bốc xếp hay ở một giai đoạn khác, nơi mà các vật liệu dạng rời đang được di chuyển (để dễ dàng chấp nhận hơn). Các mẫu thu được tạo thành từ một số phần (xẻng, bì, túi xách, muỗng) lấy ngẫu nhiên (được lựa chọn tại thời điểm khác nhau, vị trí, độ sâu) từ số lượng lớn.

**Vận chuyển số lượng lớn các chất lỏng có thể trộn các thành phần nguyên liệu. Việc lấy mẫu thực hiện trước và sau khi chuyển có thể khác nhau**

Mẫu là gì?

**Các vật liệu số lƣợng lớn** là các nguyên liệuthô, các lô hànghoặc chuyến vật liệu sảnxuất được đại diện bởi các mẫu được gửi đi xét nghiệm. Các vật liệu khối có thể là:

 - Chất rắn trong túi, thùng, xe tải, băng tải, kho bãi

- Chất lỏng trong các thùng phuy, đường ống, bể chứa, suối, đập

 - Khí trong ống xả, ống khói, lỗ thông hơi.

**Mẫu thêm** là một phần nhỏ mà đã được lấy trực tiếp từ các vật liệu dạng rời và không bịthay đổi trong bất kỳ cách nào.

**Mẫu số lượng lớn** thường được tạo thành từ sự kết hợp của năm hoặc nhiều hơn số giamẫu. Điều này thường được thực hiện tại các điểm mẫu.

**Mẫu** là số lượng vật liệu được chuyển đến phòng thí nghiệm để thử nghiệm. Nó cónguồn gốc từ các mẫu số lượng lớn bằng cách phân chia (giảm mẫu).

**Một phần mẫu thử** là số lượng nhỏ của mẫu là cần thiết cho một thử nghiệm đặc biệt.Nó có nguồn gốc từ các mẫu bằng cách phân chia (giảm mẫu)

Không khả thi nếu kiểm tra tất cả các vật liệu với số lượng lớn bởi vì:

* Lượng vật liệu có thể là hàng ngàn tấn và các thiết bị kiểm tra chỉ có thể xử lý một vài gram tại một thời điểm.
* Một số các thí nghiệm thực sự phá hủy hoặc thay đổi các nguyên liệu vì vậy nó không thể được bán sau đó - sẽ không có bất kỳ sản phẩm còn lại để bán.

Làm thế nào chúng ta có thể yên tâm về chất lượng của tất cả các vật liệu, nếu chúng ta không thể kiểm tra tất cả?

Các giải pháp cho vấn đề này là để lấy mẫu. Lấy mẫu là một phương pháp lấy một phần nhỏ của một lượng lớn các vật liệu. Các mẫu là một phần nhỏ được thử nghiệm.

Thử nghiệm được tiến hành để tìm hiểu về các vật liệu khối. Kết quả của các thử nghiệm có thể được sử dụng để đưa ra quyết định:

* Có thể ảnh hưởng đến kế hoạch sản xuất
* Giúp đỡ để quyết định xem một vật liệu phù hợp cho một nhiệm vụ đặc biệt
* Xác định nếu một vật liệu có an toàn để sử dụng
* Đảm bảo sự tin tưởng của khách hàng
* Xác định giá của một sản phẩm
* Đáp ứng yêu cầu quản lý lượng chất thải.

Mẫu đại diện

Là đại diện cho những mẫu được thử nghiệm, nó phải tương tự về mọi mặt với số lượng lớn hơn mà nó được lấy từ đó ra. Các mẫu phải có đại diện của các vật liệu khối. Nếu mẫu không phải là đại diện của các vật liệu dạng rời, kết quả của các cuộc thử nghiệm trên mẫu sẽ bị sai lệch. Điều này có thể dẫn đến:

- Vật liệu chất lượng cao bị hạ cấp và bán tại một chỉ nguyên liệu cấp thấp thấp hơn so với giá bình thường bởi vì mẫu chứa

- Vật liệu chất lượng thấp được chính xác phân loại như một chất lượng cao hơn mà kết quả trong một thất bại tốn kém cho các khách hàng.

 - Một vật liệu có thể thống nhất về thành phần hoặc nó có thể có một thành phần biến. Một loại vật liệu đồng nhất là một trong đó bất kỳ một phần của nó là giống hệt nhau cho mỗi một phần khác. Nó có một thành phần thống nhất. Lấy mẫu loại vật liệu này là dễ dàng bởi vì tất cả các phần của nó là giống hệt nhau, chỉ có một mẫu là cần thiết.

Một loại vật liệu không đồng nhất là không thống nhất trong suốt quá trình làm. Nó sẽ có biến thể để một phần có thể rất khác nhau trong thành phần từ một phần khác. Biến đổi được gây ra bởi:

* Trộn không đầy đủ các loại vật chất khác nhau, chẳng hạn như chất rắn với chất lỏng, hỗn hợp của các chất lỏng dung dịch nước và hữu cơ
* Khí hậu kho dự trữ rửa và thổi đi các hạt mịn của vật liệu từ bề mặt
* Ô nhiễm của vật liệu trong một thùng hoặc bể từ một lô trước đó, các tạp chất lơ lửng trong không khí hoặc nước
* Rung lắc khi vận chuyển các chất rắn dạng hạt gây ra sự phân biệt kể từ các hạt nhỏ hơn và / hoặc đặc hơn sẽ có xu hướng chìm trong tải.

Đối với vật liệu không đồng nhất, lấy mẫu một phần nhỏ của vật liệu số lượng lớn sẽ không đưa ra một chỉ dẫn đích thực cho phần còn lại. Một mẫu sẽ không đại diện cho số lượng lớn. Ví dụ, nếu bạn đã lấy mẫu một thân quặng 1000 Ha và chỉ là một mẫu từ mép, mẫu có thể chứa ít khoáng hơn trung tâm. Bạn có thể lựa chọn vật liệu tiềm năng không cần chính xác cơ bản của một mẫu này. Dựa trên kết quả kiểm tra một mẫu, một sai sót nghiêm trọng có thể xảy ra.

Giải pháp cho vấn đề này là lấy một vài mẫu nhỏ từ các bộ phận khác nhau của vật liệu với số lượng lớn. Những mẫu nhỏ hơn, gọi là số thêm, có thể được thử nghiệm riêng biệt để hiển thị mức độ biến đổi hoặc có thể được kết hợp để cung cấp cho các mẫu số lượng lớn. Mẫu số lượng lớn này sẽ có một thành phần đại diện cho các thành phần trung bình của toàn bộ các vật liệu khối. Nghệ thuật lấy mẫu là sự hiểu biết cần thiết lấy mẫu đại diện và chỉ biết khi nào và làm thế nào để thực hiện.

Lấy mẫu đại diện được dựa trên nguyên tắc thống kê. Nó là rất quan trọng để kiểm soát chất lượng, an toàn và quản lý môi trường mà thủ tục lấy mẫu và tần số được quy định trong pháp luật và các quy định cũng như trong kế hoạch chất lượng. Kỹ thuật viên thực hiện các hoạt động lấy mẫu nên hiểu sự cần thiết để lấy mẫu đại diện và có thể thực hiện theo các thủ tục liên quan. Các kết quả của các xét nghiệm chỉ đáng tin cậy như các mẫu được lấy. Lấy mẫu ít có nghĩa là kết quả kém và có thể gây gián đoạn không cần thiết để sản xuất.

Số lượng nguyên liệu được lấy từ số lượng lớn phải có đủ số lượng để thực hiện các kiểm tra và phải được thu gom ngẫu nhiên.

**Chất rắn** có xu hướng không đồng nhất và thường khó khăn nhất để lấy mẫu. Nếu kíchthước hạt lớn, thì cần một mẫu lớn hơn. Có thể là cần thiết để có 1% của số lượng lớn trừ khi vật liệu là khá đồng đều. Một mẫu đại diện có thể được thực hiện như là mỗi gói thứ 100 từ một dây chuyền sản xuất, một muỗng sản phẩm lấy mỗi 30 phút từ một băng tải hoặc như là một tập lựa chọn ngẫu nhiên của vật liệu từ kho dự trữ.

Kho dự trữ này có chứa một hỗn hợp cát, sỏi và đá. Một số điểm mẫu được chọn ngẫu nhiên được sử dụng để thu thập vật liệu

Một phần nhỏ trong số các sản phẩm được lấy ra từ một băng tải để thử nghiệm. Các kế hoạch lấy mẫu sẽ chỉ định làm thế nào để chọn các gói sản phẩm, tạo nên mẫu. Nguyên liệu mẫu không sử dụng có thể, trong một số trường hợp, được trả lại cho các dây chuyền sản xuất sau khi tiếp tục xử lý và đóng gói để phân phối và bán

**Chất lỏng** đồng nhất hơn chất rắn nhưng vẫn cần được lấy mẫu bằng cách kết hợp cácphần lựa chọn ngẫu nhiên. Giới hạn một muỗng cho phép các phần được thực hiện ở độ sâu khác nhau (góc xiên) trong thùng chứa. Vật liệu được trộn đều sau khi luân chuyển giữa các thùng chứa. Một khoang chứa nhỏ có thể bị rung lắc và lấy mẫu trước khi các hạt bi lắng đọng.

Chất lỏng có thể dễ dàng khai thác từ một đường ống dẫn sản xuất. Nút mẫu được đặt tại các điểm khác nhau trong quá trình này.

Sự chuyển động của chất lỏng trong khi chuyển giao có xu hướng vận động của vật chất và tạo thành một hỗn hợp đồng nhất

**Khí** có thể được thu thập bằng cách di chuyển của thủy ngân (một chất lỏng tương đốitrơ trong đó mẫu không hòa tan) hoặc do sự bơm nạp của một túi chân không. Khí thải ống khói có thể cần phải được lấy mẫu (và kết hợp) trong một khoảng thời gian dài để cho phép thay đổi trong thành phần của dòng chất. Nếu một máy bơm cơ khí được sử dụng, mẫu phải được rút ra thay vì đẩy vào các tàu tiếp nhận để tránh ô nhiễm bởi các cơ chế bơm.

Chất lỏng rời khỏi đáy của tàu, dưới lực hấp dẫn, khí được hút vào qua một van một chiều ở trên cùng

. Khí có thể được thu thập bằng cách di chuyển của thủy ngân (một chất lỏng tương đối trơ trong đó mẫu là không hòa tan) hoặc do lạm phát của một túi sơ tán. Khí thải ống khói có thể cần phải được lấy mẫu (và kết hợp) trong một khoảng thời gian dài để cho phép thay đổi trong thành phần của dòng chất. Nếu một máy bơm cơ khí được sử dụng, mẫu phải được rút ra chứ không phải đẩy vào tàu nhận để tránh ô nhiễm bởi các cơ chế bơm

Lấy mẫu có thể là:

**Liên tục**

Từng bước nhỏ được lấy ra đều đặn từ một cơ sở sản xuất liên tục.

Lấy mẫu liên tục có thể được thực hiện bằng tay theo một lịch trình cụ thể hoặc bằng một máy tự động được lập trình để loại bỏ một số lượng nhỏ các dòng vào khoảng thời gian nghỉ.

Việc gia tăng có thể được kết hợp để cung cấp cho một số lượng mẫu đại diện lớn cho chất lượng sản xuất trung bình hoặc họ có thể được kiểm tra riêng để hiển thị các biến đổi trong chất lượng của sản phẩm.

Lấy mẫu liên tục là rất hữu ích khi truy cập vào các điểm mẫu có thể là khó khăn, sâu, nguy hiểm. Lấy mẫu liên tục cũng có thể là cần thiết, nơi thông số kỹ thuật là khó khăn để đáp ứng và nhiều điều chỉnh tốt của quá trình này có thể được yêu cầu.

**Gián đoạn**

Lấy mẫu liên tục là phù hợp nhất với vật liệu được sản xuất trong nhiều đợt hoặc nơi tài liệu được giao theo lô.

Các lớp khác nhau của sản phẩm sẽ được sản xuất hàng loạt chạy cho một loạt các khách hàng. Sự phân bố của mẫu sẽ được thực hiện trên các sản xuất của hàng loạt để đảm bảo các đặc điểm kỹ thuật.

Cung cấp nguyên liệu dự trữ cho một khách hàng sẽ được trong nhiều đợt khác nhau, từ một vài tấn kích thước đến nhiều ngàn tấn. Mỗi khách hàng sẽ mong đợi rằng sản phẩm mà họ có được kiểm tra đầy đủ để đảm bảo rằng nó là một cách nhất quán trong đặc điểm kỹ thuật.

Độ sai lệch xảy ra khi các phương pháp lấy mẫu không cung cấp vật liệu để thử nghiệm, đại diện thật sự của khối vật liệu lớn mà nó được lấy.

Quan tâm chu đáo là cần thiết để đảm bảo rằng các hoạt động lấy mẫu:

* Thu thập các nguyên liệu mẫu theo cách mà tránh ưu tiên bộ phận nhất định của vật liệu với số lượng lớn trong khi bỏ qua những vùng khác mà có thể có một tác động đáng kể đến các tính chất của vật liệu. Ví dụ, cố gắng tránh vật liệu tách biệt bằng cách thay đổi vị trí của các điểm mẫu.
* Không thay đổi tính chất của vật liệu. Ví dụ, ngăn ngừa mất độ ẩm từ chất liệu mẫu trước khi thử nghiệm cho độ ẩm.

Nhìn chung, lấy mẫu từ các luồng di chuyển của vật liệu là tốt nhất bởi vì toàn bộ tải trọng cuối cùng vượt qua một điểm truy cập. Tuy nhiên, lấy mẫu vật liệu được lấy ra từ các thùng hoặc di chuyển băng tải có thể khá nguy hiểm cho các quy trình quy mô lớn. Di chuyển vật liệu rắn cũng có thể tách riêng để lấy mẫu các dòng sản phẩm theo cách như vậy mà tất cả các vật liệu được đại diện đúng đắn.

Một số kỹ thuật lấy mẫu có thể được sử dụng để hỗ trợ việc tránh kết quả sai lệch.

Lấy mẫu ngẫu nhiên

Lấy một phần duy nhất của vật liệu có thể bỏ lỡ các biến thể trong phần còn lại của số lượng lớn. Để đảm bảo rằng các vật liệu thu thập được là đúng cách đại diện của toàn bộ, một phần nhỏ gọi là số gia được lựa chọn ngẫu nhiên. Các thành phần của mẫu số lượng lớn sẽ là mức trung bình của các thành phần trong suốt của vật liệu với số lượng lớn và do đó, nó là đại diện hơn một phần duy nhất.

Ngẫu nhiên có nghĩa là không ở cùng một vị trí tất cả các thời gian. Bạn nên cố gắng thay đổi vị trí của các điểm mẫu trên kho mẫu. Khó khăn để lựa chọn ngẫu nhiên trong các địa điểm này. Thử để tránh rơi vào một mô hình lặp đi lặp lại khi lấy mẫu ngẫu nhiên. Đôi khi chúng ta nghĩ rằng chúng ta đang là ngẫu nhiên, nhưng chúng ta có thể để cho những thứ như vội vàng và bất tiện ảnh hưởng đến sự lựa chọn của chúng tôi.

Một số phần của vật liệu có thể đượclấy từ một điểm được lựa chọn ngẫu nhiên trên một vùng và chúng được kết hợp để tạo thành những mẫu đại diện cho toàn bộ các phụ tải.

Lấy mẫu phân tầng

Các vật liệu dạng rời được phân thành các nhóm dựa trên một số tài sản như tuổi, phương pháp sản xuất, địa điểm.

Khi những vật liệu khác nhau sẽ được kết hợp vào một sản phẩm, một mẫu được yêu cầu để đại diện cho sự trộn đều. Điều này đặc biệt hữu ích khi bạn muốn công việc thành công, cách thức sản phẩm hỗn hợp sẽ cư xử.

Những nhóm này được gọi là tầng khoáng chất.

Ví dụ, các sơ đồ sau đây cho thấy một số bảng màu của vật liệu được lưu trữ trong một kho hàng trong khoảng thời gian 10 tuần.

Một thanh tra việc đăng nhập kho cho thấy tuổi tác và số lượng nguyên liệu được lưu trữ.

Điều này được ghi lại trong một bảng, cùng với tỷ lệ phần trăm tính toán của mỗi người.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  | **Tuổi** |  |  | **Số lƣợng** |  |  | **Phần trăm** |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  | 2 tuần |  |  | 6 bảng màu |  |  |  | 30% |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  | 4 tuần |  |  | 4 bảng màu |  |  |  | 20% |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  | 6 tuần |  |  | 7 bảng màu |  |  |  | 35% |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  | 8 tuần |  |  | 2 bảng màu |  |  |  | 10% |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  | 10 tuần |  |  | 1 bảng màu |  |  |  | 5% |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

Nếu tổng lượng nguyên liệu mẫu được biết trước, số lượng nguyên liệu mẫu yêu cầu từ mỗi tầng tuổi có thể được tính toán. Bạn lấy tỷ lệ phần trăm của mỗi tầng tuổi và nhân với phân số bằng tổng số lượng mẫu cần thiết. Ví dụ, nếu một mẫu 50 kg đã được yêu cầu để đại diện cho các sản phẩm kết hợp, nó sẽ được thực hiện như sau:

* 15 kg của 2 tuần vật liệu cũ (30% của 50 kg)
* 10 kg của tuần 4 vật liệu cũ (20% của 50 kg)
* 17,5 kg trong 6 tuần với vật liệu cũ (35% của 50 kg)
* 5 kg trong 8 tuần với vật liệu cũ (10% của 50 kg)
* 2,5 kg trong 10 tuần với vật liệu cũ (5% của 50 kg)

Lấy mẫu có hệ thống

Lấy mẫu có hệ thống liên quan đến việc lấy mẫu đều đặn.

Khoảng thời gian nghỉ có thể được lựa chọn theo thời gian hoặc bằng cách đếm.

Lấy mẫu đặt giờ có nghĩa là một mẫu được thực hiện sau khi một khoảng thời gian nhất định của thời gian đã trôi qua.

Ví dụ, một mẫu tự động (như thể hiện trong biểu đồ dưới đây) có thể được thiết lập để chuyển hướng một phần của các sản phẩm dòng mỗi 30 phút.

Khoảng thời gian được chọn để cho một số lượng nhất định của nguyên liệu đã đi qua giữa mỗi mẫu. Một vài gram có thể được lựa chọn mỗi 20 giây cho một vật liệu tốt hoặc một vài kg của một loại vật liệu thô có thể được chuyển mỗi 10 phút trong thời gian xả từ một máng.

Kiểu mẫu này là thích hợp nhất cho quá trình liên tục, do có rất ít sự khác biệt trong chất lượng của vật liệu. Các hoạt động lấy mẫu có thể được tự động để tiết kiệm thời gian và tiền bạc. Lấy mẫu tự động cũng có thể tránh được những tình huống nguy hiểm cho người lao động.

Khi lấy mẫu theo số lượng, một số mục được đếm qua các điểm mẫu trước khi mẫu được lấy.

Lấy mẫu theo số là thích hợp nhất cho các quá trình nơi mà các mặt hàng đóng gói được sản xuất vì chúng có thể được tính toán dễ dàng với một bộ cảm biến quang học.

Trọng lượng vận tải của vật liệu có thể được tính và lấy mẫu sau một số cố định đã được thông qua. Chọn mẫu từ mỗi xe tải thứ 12 có thể đại diện cho 300 tấn nguyên liệu. Vì kiểu lấy mẫu không phải là ngẫu nhiên nên có nguy cơ là nó có thể bị sai lệch đối với một số quy trình. Cần phải quan tâm, đặc biệt đối với các mẫu lấy theo thời gian, điều này là bình thường khi mẫu được lấy để nó thực sự là sản phẩm đại diện. Một hỗn hợp sản phẩm nên được lấy mẫu ở một số thời gian sau khi hoạt động đã được bắt đầu để đảm bảo rằng sự pha trộn được hoàn tất. Tuy nhiên nếu mục đích của việc thí nghiệm là để tìm ra sau khi sự pha trộn hoàn tất, một số mẫu có thể được lấy ở giai đoạn đầu của quá trình vận hành.

* Hàng ngày, hàng tuần và hàng tháng các mẫu đặc biệt dễ bị sai lệch trong một số quy trình.
* Các mẫu bùn được lấy vào buổi trưa mỗi ngày có thể cho thấy độ kiềm thấp bất thường nếu cặn acid thường xuyên được thải vào hầm lò lúc 11:30 mỗi ngày.

Mẫu hàng tuần có thể không đưa vào thư mục các thay đổi xảy ra trong các tài liệu qua cuối tuần so với doanh thu tuần liên tục.

Vai trò của đánh giá trong việc lấy mẫu

Việc sử dụng các đánh giá cá nhân và ý kiến trong việc lấy mẫu có thể tránh được một số nguồn ưu tiên mà dẫn đến mẫu không đại diện và kết quả xét nghiệm không chính xác.

Các nhà máy có thể được dự trữ vật liệu trong thùng hoặc đống để bán trong thời gian vài tuần. Các thành phần của vật liệu có thể thay đổi do tác động của thời tiết hoặc giải quyết trước khi khách hàng có giao hàng. Trong trường hợp này, lấy mẫu từ các thùng hay kho dự trữ có thể bị trì hoãn cho đến khi nó đang được sử dụng. Nếu quá trình tải là khả năng triệt để tái kết hợp các sản phẩm, nó sẽ được nhiều đại diện để lấy mẫu từ các đường ống chuyển, trống giao thông vận tải, băng tải hoặc xe tải để thay thế.

Nếu lô nhỏ đang được sản xuất để giao hàng ngay lập tức nó có thể là cần thiết để lấy mẫu thường xuyên hơn cho các biến thể trong quá trình này.

Nếu bạn lấy mẫu từ phần đầu của vật liệu này đang được dự trữ trước khi trộn hoặc lò phản ứng đã lắng xuống vào quá trình sản xuất, kết quả có thể khá khác nhau so với một mẫu là rút ra một thời gian ngắn sau đó.

Khi nhà máy được điều chỉnh để cung cấp cho một sự thay đổi cấp sản phẩm mẫu có thể cần thiết ngay lập tức để đảm bảo rằng việc điều chỉnh này đã thành công.

Thành phần máu khác nhau giữa trước và sau bữa ăn do đó, một thời gian nhịn ăn là cần thiết. Độ ẩm của vật liệu tiếp xúc, chẳng hạn như ngũ cốc, sẽ phụ thuộc vào độ ẩm tương đối mà có thể thay đổi vào các thời điểm khác nhau trong ngày và thời gian mẫu tiếp xúc.

Các nguồn nguyên liệu có thể đã bị thay đổi do đó tiến độ lấy mẫu bình thường có thể phải được đưa lên trước để đánh giá hiệu quả về chất lượng sản phẩm.

Điều gì có thể sai khi lấy mẫu?

Các từ ngữ dưới đây tóm tắt các nguyên tắc cơ bản của việc lấy mẫu. Vì vậy, miễn là các mẫu của bạn tuân theo từng yêu cầu này, bạn đã làm tất cả những gì có thể được thực hiện. Trong mỗi trường hợp, mẫu của bạn phải:

* Đại diện
* Bảo quản
* Đầy đủ
* Dán nhãn

**Đại diện** có nghĩa là mẫu có thành phần và tính chất tương tự như các vật liệu khốikhác.Các mẫu không thể được ưu tiên về nơi và cách lấy mẫu . Bạn cần tuân theo một thủ tục hợp lệ được thiết kế để lấy mẫu vật liệu dạng rời.

**Được bảo quản** có nghĩa là mẫu phải được bảo vệ khỏi sự thay đổi đặc biệt là nếu nóđược vận chuyển hoặc lưu trữ. Tùy thuộc vào mẫu của bạn, và các yếu tố khác như thời gian lưu trữ, nhiệt độ và loại container, các tính chất hóa học và sinh học của mẫu có thể thay đổi. Mẫu của bạn phải được bảo vệ khỏi bị nhiễm độc (thành phần đã đạt được sau khi lấy mẫu), từ phân hủy (sự cố hóa chất và các cấu trúc khác) và từ mất hoặc thu lại các tính chất vật lý, sinh học hay hóa học mà nó sẽ được kiểm tra.

**Đủ** có nghĩa là bạn phải có đủ mẫu để cho phép tất cả các xử lý cần thiết để xảy ra trướckhi mẫu được thử nghiệm. Điều này đúng nếu mẫu sao lưu cần phải được lưu trữ, trong trường hợp khiếu nại. (Chỉ cần tưởng tượng bao nhiêu điều tra tội phạm dễ dàng hơn sẽ, nếu những kẻ lừa đảo đã được loại, đủ để chừa đủ mẫu bằng chứng tại hiện trường của tội phạm!) Kiểm tra môi trường và nghiên cứu y tế là những lĩnh vực mà cũng dễ bị vấn đề không đủ mẫu.

Cũng cần phải có đủ mẫu để đảm bảo vật liệu là đại diện. Ví dụ, thô hoặc dạng hạt một vật liệu được, càng được yêu cầu.

**Dán nhãn** có nghĩa là phải có đầy đủ thông tin trên nhãn để liên kết các mẫu với nguồngốc của nó. Các nhãn có thể ghi mã số và cần phải có ngày tháng, thời gian, dạng mẫu, nguồn và vị trí cụ thể trong phạm vi nguồn. Các nhãn cũng có thể dùng để liệt kê các thí nghiệm được thực hiện.

Thuật ngữ lấy mẫu

Là một loạt các từ được sử dụng bởi người lấy mẫu. Chúng có ý nghĩa chính xác và quy trình mà bạn đang làm theo yêu cầu bạn phải hiểu được ý nghĩa và hậu quả. Bạn đã gặp một số thuật ngữ được sử dụng trong mẫu. Những thuật ngữ khác là:

* Mẫu vẹn - được sử dụng để mô tả mẫu của bạn đã được bảo quản thế nào để nó vẫn đại diện cho các nguyên liệu số lượng lớn.
* Đồng nhất - được sử dụng để mô tả các vật liệu rất thống nhất và là mẫu dễ dàng bởi vì thiếu sự biến đổi qua vật liệu. Một tách cà phê, hơi từ không khí hoặc thép ở đường tầu thường đồng nhất. Chúng tôi thường có thể tin tưởng rằng bất kỳ phần nào của vật liệu này sẽ giống với bất kỳ phần khác.
* Không đồng nhất - được sử dụng để mô tả các vật liệu có biến rõ rệt và rất khó để lấy mẫu bởi vì phạm vi của biến đổi qua vật liệu. Đất, thực phẩm và nước thải thường khôngđồng nhất. Chúng tôi thường không thể tin tưởng rằng bất kỳ phần nào là tương tự như bất kỳ phần khác.
* Mẫu Grab - một mẫu duy nhất lấy ngẫu nhiên từ số lượng lớn. Một ly nước máy, một quả táo hoặc một mẫu thử nghiệm hơi thở ngẫu nhiên là các mẫu lấy. Đôi khi lấy tiếp sản xuất các kết quả tương tự, nhưng đôi khi nó không.
* Mẫu hàng loạt - một mẫu lấy ngẫu nhiên từ một phần hoặc hàng loạt các vật liệu khối. Một chai thuốc chạy buổi sáng hôm nay là một mẫu hàng loạt mà có thể được truy nguồn từ một khối của sản phẩm.
* Mẫu hỗn hợp - một loạt các mẫu lấy từ các bộ phận khác nhau của vật liệu với số lượng lớn mà sau đó được kết hợp, pha trộn và sử dụng để tạo ra các mẫu để thử nghiệm. Mẫu theo giờ từ một bộ nạp than, dòng nước thải, hoặc các nội dung của một màn hình đo bụi hàng tháng là cách để nhận được các mẫu hỗn hợp.
* Mẫu xét nghiệm - một phần của số lượng lớn mà không nhất thiết phải là đại diện. Một cục than hoặc đá quý, hoặc mẫu nước tiểu của một người không nhất thiết là đại diện cho trạng thái bình thường hoặc phổ biến của vật liệu với số lượng lớn mà từ đó lấy mẫu. Trong một số hoàn cảnh, một mẫu vật có thể là một đơn vị đại diện cắt hoặc đúc từ một mẫu để kiểm tra cụ thể; Ví dụ, lõi bê tông hoặc xi lanh dùng để thử nghiệm sức mạnh.
* Khối hoặc mẫu tổng - tổng của tất cả các vật liệu thu thập được để tạo nên các mẫu để xét nghiệm.
* Chuẩn bị mẫu – xử lý các mẫu thu để đáp ứng các nhu cầu của phòng thí nghiệm. Điều này có thể bao gồm:

+ Giảm kích thước hạt - xay, nghiền, xay xát

+ Định cỡ hạt - sàng xảy, chia nó ra thành các phần phân đoạn dựa trên phạm vi kích thước khác nhau của các hạt riêng lẻ

+ Hòa tan - sử dụng nước, axit, dung môi, vv

+ Điều hòa nhiệt độ - đông lạnh, rã đông, đưa ra một nhóm nhiệt độ

+ Xử lý hóa chất - pha trộn với các chất hóa học và hóa sinh khác.

+ Phân chia mẫu – xử lý mẫu để có ít mẫu hơn, phù hợp với việc xử lý nhưng vẫn đảm bảo là mẫu có đại diện. Bạn sẽ nhất trí rằng 100 kg than mẫu sẽ khó để di chuyển quanh phòng thí nghiệm. và nếu bạn đã có 68 trong số 100 kg mẫu than để xử lý, bạn sẽ muốn một người nào đó để phá vỡ từng chút một 200 g các mẫu trong phòng thí nghiệm đã sẵn sàng để thử nghiệm. Ngoài ra, thử nghiệm số vật liệu nhiều hơn mức cần thiết là không hiệu quả và không chắc chắn cho ra kết quả chính xác hơn.

 + Mẫu phụ - một phần của một mẫu, sau khi chia, đó là đại diện của một mẫu.

 + Mẫu phòng thí nghiệm - được dùng để mô tả các mẫu sau khi đã được chuẩn bị sẵn sàng để thử nghiệm (thứ đó có thể là một mẫu phụ).

Quá trình xử lý mẫu

Phần sau sẽ đối phó với tất cả các khía cạnh thực tế lấy mẫu và xử lý mẫu; ví dụ, lưu trữ, bảo quản, chế biến, xử lý kết quả kiểm tra. Tuy nhiên, như là một phần của bài này, một số ý tưởng cơ bản về những gì lấy mẫu và thử nghiệm có thể và không thể làm được, vẫn cần phải được nêu ra rõ ràng.

**Ý tưởng 1**

Thử nghiệm trong phòng thí nghiệm chỉ có thể trả lời câu hỏi một cách chính xác. Mỗi câu hỏi có thể cần một quy trình khác nhau được sử dụng để có câu trả lời. Gửi mẫu của bạn tắt cho 'thử nghiệm' và nhận được kết quả hữu ích chỉ thành công trong các bộ phim. Không có máy mà sẽ tạo ra kết quả đúng cho mọi điều kiện có thể có trong mẫu của bạn. Bạn cần phải xác định chính xác những gì là cần thiết và kiểm tra thử nghiệm này nằm trong năng lực của các phòng thí nghiệm.

**Ý tưởng 2**

Việc thử nghiệm sẽ chỉ cung cấp câu trả lời cho mẫu. Trừ khi bạn mẫu được lấy và lưu trữ đúng cách để bảo vệ các điều kiện quan tâm trong các tài liệu số lượng lớn, sau đó kết quả xét nghiệm của bạn sẽ không giúp bạn nhiều với các quyết định về các vật liệu khối.

Kết nối mẫu để cung cấp số lượng lớn

Phần sau sẽ đối phó với những khía cạnh thực tế của mã hóa mẫu và báo cáo kết quả.

Tuy nhiên, như là một phần của bài này, một số ý tưởng cơ bản hơn vẫn cần phải được rõ ràng.

**Ý tưởng 3**

Kết quả thử nghiệm trong phòng thí nghiệm cho mỗi mẫu cần phải được liên kết trở lại (theo dõi) để các vật liệu khối mà từ đó mẫu đi kèm. Đôi khi những thông tin rõ ràng và hữu ích, nhưng đôi khi nó là mơ hồ và khó hiểu hơn. Các yêu cầu cho kiểm tra cụ thể cần phải được đưa ra bởi những người có thẩm quyền. Giải thích về những kết quả thử nghiệm cho bạn biết về vật liệu dạng rời nhiều khi hơn cả thực trạng. Kỹ thuật viên phòng thí nghiệm có thể không có kinh nghiệm hoặc được đào tạo, đủ để được giao trách nhiệm ở một trong những khu vực này.

**Ý tưởng 4**

Báo cáo kết quả thử nghiệm trong phòng thí nghiệm không thể đưa ra ý kiến hoặc khai báo rộng.

Khi bạn cung cấp một kết quả thử nghiệm, là điều cần thiết bạn biết được hàng loạt hoặc nguyên liệu báo cáo đề cập đến. Quyết định quan trọng dựa trên sự chính xác của các kết quả thử nghiệm và bạn cần phải chắc chắn rằng những quyết định này được thực hiện trong tài liệu tham khảo về nguồn gốc của vật chất. Bạn không muốn công bố một loạt lỗi của vật chất cho một khách hàng và bạn không muốn họ loại bỏ một loạt các sản phẩm đó.

**2. Chuẩn bị mẫu theo yêu cầu kiểm tra**

Yêu cầu lấy mẫu

* Trước khi bạn có thể bắt đầu lấy mẫu, bạn cần phải biết:
* vật liệu gì là được lấy mẫu và nó nằm ở đâu
* Vị trí của các điểm lấy mẫu phù hợp tại đó một cách an toàn có thể được thực hiện để cung cấp một mẫu đại diện thật sự
* Làm thế nào để có được quyền truy cập vào từng điểm mẫu
* Tần số mẫu (thường là chất liệu như thế nào là đạt)
* Bao nhiêu vật liệu được đưa cho mỗi mẫu
* Những thiết bị lấy mẫu được yêu cầu
* Thủ tục đúng cho việc thu thập một mẫu đại diện từ mỗi vị trí được chọn
* Các loại container cần thiết để lưu trữ và vận chuyển các vật liệu mẫu
* Yêu cầu để bảo quản mẫu trong kho bảo quản và vận chuyển đến phòng thí nghiệm để các đặc tính của vật liệu không thay đổi trước khi thử nghiệm được tiến hành
* Vận chuyển mẫu như thế nào đến phòng thí nghiệm
* Yêu cầu ghi nhãn để xác định đúng mỗi mẫu.

Kế hoạch lấy mẫu

Kế hoạch lấy mẫu được viết để đáp ứng:

* Nhu cầu của khách hàng
* Chính phủ và ngành công nghiệp quy định
* Yêu cầu của công ty.

Kế hoạch lấy mẫu thường sẽ ghi rõ số lượng mẫu được lấy từ mỗi dây chuyền sản xuất, mỗi khoảng thời gian. Nó cũng bao gồm các yêu cầu đặc biệt về cách mẫu nên được thực hiện. Một kế hoạch lấy mẫu tốt bao gồm:

* Lấy mẫu thường xuyên như thế nào
* kích thước của mẫu
* Mẫu được lấy như thế nào
* Bạn chọn các mục lấy mẫu như nào

**3. Chuẩn bị kiểm tra xác nhận cho phần phân tích**

Phương pháp kiểm tra chất lượng có thể hữu ích cho kiểm tra xác nhận của các mẫu.

Đối với phương pháp kiểm tra chất lượng tín nhiệm của sự phát hiện hay xác định một chất phân tích ở mức độ nhất định phải được thành lập. trong trường hợp xác nhận các phương pháp kiểm tra chất lượng tập trung vào khả năng phát hiện. Việc phát hiện mức thấp nhất được chứng minh rằng một chất phân tích nhất định có thể được phát hiện (không nhất thiết phải xác định) trong ít nhất 95% các mẫu (tức là một tỷ lệ âm tính giả là 5% được chấp nhận) ở nồng độ quan tâm. Các mẫu trong xác nhận nên được đại diện cho các phạm vi ma trận của các phương pháp sàng lọc. Khi sử dụng đúng như phương pháp định tính, không có yêu cầu đối với tuyến tính và hồi phục. Đối với chọn lọc với sự có mặt của dương tính giả cần được loại trừ sử dụng các mẫu "trống". Tuy nhiên, miễn là chất phân tích tìm thấy khi sàng lọc được xác định và được xác nhận bởi một phân tích mẫu thứ hai sử dụng một phương pháp xác định phù hợp, không nghiêm ngặt cho tiêu chí cho các số dương tính giả từ một điểm QC.

Xác nhận cơ bản của một phương pháp sàng lọc thường liên quan đến việc phân tích 10 mẫu khác nhau trong bản sao từ mỗi nhóm hàng hoá, tăng vọt với chất phân tích ở mức độ báo cáo sàng lọc được mong đợi (SRL). Sau khi ứng dụng trong phân tích thường xuyên, trên dữ liệu QC nên thu lại và giá trị của phương pháp này phải được đánh giá lại định kỳ. Đối với chất phân tích đã không được đưa vào (đang thực hiện) xác nhận phương pháp, mức độ tin cậy của các phát hiện ở một nồng độ nhất định của chất phân tích không được biết đến. Do đó, mặc dù chất phân tích bên ngoài phạm vi xác nhận có thể được phát hiện bằng cách sử dụng phương pháp này, không có mức độ báo cáo sàng lọc có thể được chỉ định hoặc được bảo đảm.

**Bài 3: Thiết lập và tối ưu hóa công cụ**

**Mã bài: 03**

**Giới thiệu:**

Bài học giới thiệu về phương pháp thiết lập và tối ưu hoa công công trong kỹ thuật sắc ký

**Mục tiêu:**

 - Thực hiện trước khi sử dụng và kiểm tra an toàn theo quy trình của nhà sản xuất

- Khởi động và điều kiện sử dụng dụng cụ theo quy trình nghiêm ngặt của nhà sản xuất

 - Tối ưu hóa các thông số dụng cụ cho phù hợp với mẫu và kiểm tra các yêu cầu

 - Kiểm tra tình trạng hiệu chuẩn các dụng cụ và thực hiện hiệu chuẩn sử dụng các tiêu chuẩn và quy trình quy định, nếu áp dụng

**Nội dung:**

**1. Thực hiện trước khi sử dụng và kiểm tra an toàn theo quy trình của nhà sản xuất**

Kiểm tra trước khi sử dụng đòi hỏi phải có một sự hiểu biết về các nguyên tắc cơ bản của sắc ký.

Sắc ký là một phương pháp được sử dụng rộng rãi, cho phép tách, nhận biết và xác định các thành phần hóa chất trong hỗn hợp phức tạp. Không có phương pháp tách nào hiệu lực và thường được áp dụng như là phương pháp sắc ký. Bảng làm việc này là các nguyên tắc chung áp dụng cho tất cả các loại sắc ký.

Thuật ngữ sắc ký khó để định nghĩa chính xác vì cái tên đã được áp dụng cho một số hệ thống và kỹ thuật. Tuy nhiên tất cả những phương pháp này có điểm chung là việc sử dụng các pha tĩnh và pha động. Các thành phần của hỗn hợp được mang qua các pha tĩnh bởi dòng chảy của một pha động và phân ly được dựa trên sự khác biệt về tỷ lệ di chuyển giữa các thành phần pha động.

Sắc ký là sự tách biệt của hai hay nhiều hợp chất hoặc ion bởi sự phân bố giữa hai pha, một chuyển động và pha kia không chuyển động. Hai giai đoạn có thể là rắn-lỏng, lỏng-lỏng hoặc khí lỏng. Mặc dù có rất nhiều biến thể khác nhau của sắc ký, các nguyên tắc cơ bản là giống nhau.

**2. Các loại sắc ký**

Phương pháp sắc ký gồm hai loại cơ bản. Trong sắc ký cột, các pha tĩnh được tổ chức trong một ống hẹp và pha động được đưa vào qua ống chịu áp lực hoặc bằng trọng lực. Trong sắc ký phẳng, pha tĩnh được hỗ trợ trên một tấm phẳng hoặc trong các lỗ của một tấm mỏng. Pha động di chuyển qua pha tĩnh của mao dẫn hoặc dưới ảnh hưởng của lực hấp dẫn. Chúng ta xem xét ở đây chỉ với sắc ký cột.

Phương pháp sắc ký được chia thành ba loại dựa vào tính chất của pha động: chất lỏng, khí và chất lỏng siêu tới hạn. Bảng dưới đây cho thấy các kỹ thuật khác nhau.

**3. Phân loại các phương pháp sắc ký cột**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Phân loại** | **Phƣơng pháp cụ thể** | **Pha tĩnh** | **Dạng cân bằng** |
| **chung** |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  | Khí- chất lỏng (GLC) | Chất lỏng được hấp | Sự phân chia giữa |
| **Sắc ký khí** |  |  | thụ hoặc liên kết với | khí và lỏng |
|  |  |  | bề mặt rắn |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  | Khí- rắn | Rắn | Sự hấp phụ |
|  |  |  |  |  |
|  |  | Lỏng- Lỏng hoặc phân | Chất lỏng được hấp | Phân chia giữa các |
|  |  | chia | thụ hoặc liên kết với | chất lỏng không hỗn |
|  |  |  | bề mặt rắn | hợp |
| **Sắc ký lỏng** |  |  |  |
| Lỏng- Lỏng hoặc hấp | Rắn | Sự hấp phụ |
|  |  | phụ |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  | Trao đổi ion | Trao đổi ion resin | Trao đổi ion |
|  |  |  |  |  |
|  |  | Loại trừ kích thước | Chất lỏng trong kẽ hở | Phân chia/ sàng lọc |
|  |  |  | của chất rắn polyme |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  | Ái lực | Nhóm các chất lỏng | Sự phân chia giũa bề |
|  |  |  | đặc thù với một bề | mặt chất lỏng và chất |
|  |  |  | mặt rắn | lỏng di động. |
|  |  |  |  |
| **Sắc ký lỏng** |  | Các loài sinh vật liên | Phân chia giữa chất |
| **siêu tới hạn** |  | kết trên bề mặt rắn | lỏng siêu hạn và bề |
| **(SFC)** | **(pha** |  |  | mặt liên kết |
| **động: chất lỏng** |  |  |  |
| **siêu tới hạn)** |  |  |  |
|  |  |  |  |  |

**4. Thuật ngữ trong sắc ký**

**Mẫu**

Các hỗn hợp bao gồm một số thành phần tách biệt được xam phạm trên giường sắc ký khi chúng được mang hoặc được tách rửa bằng pha động.

**Các thành phần mẫu**

Các thành phần tinh khiết về mặt hóa học của mẫu. chúng có thể không dược duy trì (tức là, không được trì hoãn) bởi pha tĩnh, giữ lại một phần (tức là, rửa giải vào những thời điểm khác nhau) hoặc được duy trì vĩnh viễn. Các điều kiện rửa giải hoặc phân tích cũng có thể chấp nhận cho một thành phần mẫu

**Chất tan**

Một thuật ngữ đề cập đến các thành phần mẫu trong phân vùng sắc ký

**Pha tĩnh**

Pha tĩnh là một trong hai giai đoạn hình thành hệ sắc ký. Nó có thể là một chất rắn, một gel hoặc chất lỏng. Nếu một chất lỏng, nó có thể được phân phối trên một chất rắn. thể rắn có thể hoặc không đóng góp cho quá trình tách. Các chất lỏng cũng có thể liên kết hóa học với thể rắn (pha liên kết) hoặc cố định vào nó (pha cố định) .

**Pha liên kết**

Một pha tĩnh được liên kết đồng hóa trị với các phần hỗ trợ hoặc vào phía trong thành của ống cột.

**Pha cố định**

Một pha tĩnh được giữ cố định trên phần hỗ trợ, hoặc hoặc vào phía trong thành của ống cột., ví dụ, bằng cách trùng hợp tại chỗ (liên kết ngang) sau khi phủ.

**Pha động**

Một chất lỏng mà thấm qua hoặc dọc theo giường tĩnh, theo một hướng nhất định. Nó có thể là một chất lỏng (Liquid Chromatography) hoặc khí (Gas Chromatography) hoặc chất lỏng siêu tới hạn (sắc ký lỏng siêu tới hạn-). Trong sắc ký khí sự biểu lộ chất mang khí có thể được sử dụng cho pha động. Trong sắc ký rửa giải sự biểu lộ chất mang rửa giải cũng được sử dụng cho pha động.

**Dung môi rửa giải**

Một dịch rửa giải là một dung môi được sử dụng để mang các thành phần của một hỗn hợp qua một pha tĩnh.

**Rửa giải**

Nó là một quá trình trong đó các chất hoà tan được rửa qua một pha tĩnh bởi sự chuyển động của một pha động. pha động mà xuất hiện các cột được gọi là rửa giải..

**Sắc ký đồ**

Một đồ họa hoặc sự trưng bày khác của bộ cảm biến phản ứng, nồng độ chất phân tích trong dòng chảy hoặc số lượng khác được sử dụng như một dụng cụ đo độ tập trung dòng chảy so với thể tích dòng hoặc thời gian. Trong sắc ký đồ phẳng có thể tham khảo các giấy hoặc lớp với các vùng riêng biệt.

**5. Khởi động và điều kiện sử dụng dụng cụ theo quy trình nghiêm ngặt của nhà sản xuất**

Các thành phần chính của thiết bị HPLC bao gồm Pha động, máy bơm, phun, cột, hộp cột, bộ phận dò và một hệ thống hiển thị. Tham khảo sơ đồ sau:

**Hình 2: Các phần của thiết bị HPLC**

**Máy bơm**

Việc sử dụng một máy bơm sẽ rút ngắn thời gian phân tích và đảm bảo có một tốc độ dòng chảy liên tục, thường được đo bằng ml / phút, cho pha động. Các máy bơm có thể được thiết lập để cung cấp những pha động theo hai cách. Khi tốc độ dòng pha động liên tục được phân chia nó được biết đến như là một dòng chỉnh thể. Khi tốc độ dòng chảy đang dần tăng lên trong thời gian này được biết đến như một dòng chênh lệch. Áp lực được sử dụng bởi các bơm thường khoảng từ 1500 đến 6000psi. Với sự phát triển liên tục của các cột sắc ký có cỡ hạt nhỏ hơn đã cho phép tăng áp lực sử dụng trong quá trình phân tích.

**Ống phun**

Các vòi phun có trách nhiệm đưa mẫu vào dòng chảy áp lực cao trong cột. Trong các máy móc cũ thao tác này được thực hiện bằng tay với việc sử dụng một ống tiêm. Dụng cụ hiện đại có gắn bơm mẫu tự động cho phép nhiều mẫu được thiết lập như là một hoạt động được tự động được đưa vào cột. Tự động hóa này đã cho phép tăng độ chính xác của khối lượng mẫu được đươa vào, thường là 5-20 microliters (ml).

**Cột**

Sự lựa chọn đúng cột là quan trọng khi phân tích bằng HPLC vì nó rất có thể ảnh hưởng đến quá trình chạy của bạn bằng cách thay đổi thời gian lưu giữ, độ nhạy và độ phân giải của peak. Các phương pháp tách được sử dụng sẽ xác định loại pha tĩnh sử dụng. Nó cũng quan trọng để xem xét rằng các đặc tính khác của cột có thể khác nhau. Chúng bao gồm các độ dài khác nhau, đường kính bên trong và kích thước hạt pha tĩnh. Các chất hấp phụ cho HPLC có kích thước hạt nhỏ, đường kính từ 2-50μm. Cột điển hình được xây dựng với một đường kính khoảng 4-5 mm, tuy nhiên cũng có loại 2-3 mm. Phạm vi chiều dài cột 3-30 cm.Hhướng dòng chảy chính được xác định bởi các mũi tên trên cột.

Trong một phân tích các cột nên được chứa trong một hộp cột. Điều này sẽ đảm bảo rằng nhiệt độ có thể được kiểm soát và sẽ không thay đổi theo các yếu tố môi trường. Một điểm khác biệt nhiệt độ có thể dẫn đến một sự thay đổi trong thời gian lưu.

**Bộ phận dò**

Trong khi cột rất quan trọng cho việc phân chia các thành phần, phân tích bị khuyết thiêu khả năng tìm ra mỗi thành phần chúng được rửa giải ra khỏi cột. Đây là vai trò của các máy dò. Các loại máy dò có sẵn bao gồm UV-Vis, Ảnh sang lưỡng cực, huỳnh quang hoặc quang phổ khối lượng.

Các phương pháp được sử dụng rộng rãi nhất của bộ phận dò là thông qua phát hiện UV-Vis. Một chùm bức xạ điện từ một nguồn đèn được quét qua pha động Các máy dò có thể phát hiện cường độ của ánh sáng đem nó so với cường độ được phát ra từ đèn. Bất kỳ sự thay đổi là do sự hấp thụ ánh sáng bởi các thành phần có trong mẫu được phát ra.

**Khởi động GC**

Điều này đã được điều chỉnh cho GC với bộ dò ion hóa ngọn lửa và có thể thay đổi tùy thuộc vào kiểu mẫu. Hãy tự làm quen với các thủ tục khởi động của GC.

1. Mở chai khí có chứa khí hydro, heli, argon / methane và khí nén. Áp lực bình chứa sẽ khoảng 2000 psi cho mỗi xi-lanh. Những áp lực bước xuống sẽ vào khoảng 20-40 psi.
2. Bật GC bằng cách nhấn các nút bật / tắt. Khi nút được bật các dụng cụ bắt đầu tự kiểm tra. Việc tự kiểm tra có thể nhìn thấy trên màn hình LCD nhỏ của các công cụ. Khi các công cụ đã sẵn sàng, màn hình đọc, "Khởi động trên thành công." (Power on successful)
3. Khởi động trạm dữ liệu hoặc máy tính.

**6. Tối ưu hóa các thông số thiết bị cho phù hợp với mẫu và kiểm tra các yêu cầu** Thông số kỹ thuật GC

Trước khi tiêm một mẫu vào GC, các phương pháp được sử dụng phải được xác định. Nó có thể là một phương pháp mới hoặc một phương pháp có sẵn từ trước. Các thông số và thông số kỹ thuật sau đây phải được thiết lập.

* Hệ thống miệng nạp:
* Tách miệng nạp:
* thể tích tiêm:
* Mẫu:
* Nhiệt độ miệng nạp:
* áp lực miệng nạp:
* áp lực cột
* Nhiệt độ bộ dò:
* Cột tăng nhiệt độ
* Chương trình:
* Thời gian giữa các mũi tiêm:

**7. Kiểm tra trạng thái hiệu chuẩn của thiết bị và thực hiện hiệu chuẩn sử dụng các tiêu chuẩn và quy trình quy định, nếu áp dụng**

Đường cong hiệu chuẩn

Để tạo ra một đường cong hiệu chuẩn một tập hợp các tiêu chuẩn nồng độ khác nhau đang chạy và những peak tích hợp. Từ các kết quả sắc ký các khu vực cao điểm được tìm thấy và được sử dụng để xây dựng đường chuẩn. Các vùng peak của mẫu chưa biết sau đó được so với đường chuẩn để xác định nồng độ. Hình 3 cho thấy một đường cong hiệu chuẩn được tạo ra bằng cách sử dụng bốn tiêu chuẩn. Một hợp chất không rõ đã được tìm thấy có một vùng peak là 1200000 vì vậy bằng cách so sánh với các tiêu chuẩn đã xác định nồng độ chất chưa biết là 46 mg / L

**Hình 3: Đường cong hiệu chuẩn HPLC** (Courtesy Hitachi-Hitec)

**Bài 4: Thực hiện phân tích**

**Mã bài: 04**

**Giới thiệu:**

 Bài học giới thiệu về các kỹ thuật phân tích mẫu theo tiêu chuẩn trong kỹ thuật sắc ký.

**Mục tiêu:**

 - Đo phản ứng các chất được phân tích theo các tiêu chuẩn, kiểm tra xác nhận và thử mẫu

 - Thực hiện các phép đo thích hợp để có được dữ liệu đáng tin cậy

 - Các thiết bị trở về chế độ chờ hoặc tắt máy, theo yêu cầu

**Nội dung:**

**1. Đo phản ứng các chất đƣợc phân tích theo các tiêu chuẩn, kiểm tra xác nhận và thử mẫu**

Tham khảo một quy trình thí nghiệm với mẫu dưới đây:

**Chuẩn bị một hỗn hợp alcohol chuẩn:**

Dùng Pipette lấy 2.0mL mỗi loại methanol, ethanol, propan-1-ol và butan-1-ol vào cùng một bình dung tích 25 ml và làm đầy đến điểm đánh dấu bằng nước cất

**Chuẩn bị chuỗi ethanol:**

 Pipette 1,0 ml propanol-1 tinh khiết vào bốn bình định mức 25ml,

Thêm 1.0, 2.0, 3.0, và 4.0 ml tương ứng ethanol tinh khiết vào mỗi bình và làm đầy đến điểm đánh dấu bằng nước cất.

 Chuẩn bị tương tự cho một dung dịch chứa 2.5ml mẫu chưa biết (cung cấp bởi kỹ thuật viên phòng thí nghiệm) và 1.0mL của propanol- 1 tinh khiết trong bình 25ml, và làm đầy lên điểm đánh dấu bằng nước cất.

Lặp lại (c) cho một mẫu chứa hàm lượng etanol chưa biết.

**(C) Chuẩn bị cho GC**

Chuẩn bị GC theo chỉ dẫn của người hướng dẫn. Sử dụng các thiết lập sau đây cho chương trình sắc ký.

Nhiệt độ ban đầu (Initial temperature): 75 ° C

Nhiệt độ cuối (Final Temperature): 150 ° C

Nhiệt độ dò (Detector Temperature): 150 ° C

**2. Thực hiện đầy đủ các phép đo để có đƣợc dữ liệu đáng tin cậy**

**Sắc ký khí (Gas Chromatography):**

 **Hỗn hợp alcohols:**

Tiêm 2μL hỗn hợp alcohols, đã chuẩn bị ở (A) và thu được trên sắc ký đồ vùng cao điểm và thời gian lưu của các thành phần tách biệt.

 **Phân tích Ethanol:**

1. Tiêm 2μL mỗi loạt ethanol hiệu chuẩn đã chuẩn bị ở (b), và các mẫu chưa biết
2. Đối với mỗi ethanol tiêu chuẩn, cũng như mẫu chưa biết, tính toán tỷ lệ cao điểm của ethanol (chất phân tích): propan-1-ol (tiêu chuẩn nội bộ).
3. Xây dựng một đường chuẩn về tỷ lệ vùng đỉnh của ethanol: propanol-1vs nồng độ ethanol.
4. Xác định nồng độ ethanol trong những mẫu chưa biết bằng cách nội suy từ các đường cong hiệu chuẩn.

**Chuyển các thiết bị về chế độ chờ hoặc tắt máy, theo yêu cầu**

Quy trình tắt

1. Đóng tất cả các cửa sổ trên trạm dữ liệu máy tính cho các ứng dụng GC. ấn vào nút on/off switch để tắt.
2. Hoàn toàn đóng tất cả bốn bình gas
3. Để làm mát các GC trong khoảng 30 phút, và sau đó nhấn vào nút on / off trên GC để để tắt.

**3. Xác nhận dữ liệu là kết quả của các phép đo giá trị**

Dữ liệu chỉ hữu ích nếu nó chính xác và trình bày trong các định dạng thích hợp. Chất lượng của dữ liệu dựa trên một số yếu tố bao gồm:

* Ghi chính xác của dữ liệu vào văn bản chính như tờ kiểm tra và tờ QC
* Chuẩn hóa chính tả của tên và địa chỉ
* Chính xác dữ liệu số như ngày tháng năm sinh và số giấy phép lái xe
* Kiểm tra xem các chữ số kiểm tra là đúng (trong một số dữ liệu số một thử nghiệm chuyển hóa đặc biệt được sử dụng). Một số kiểm tra là một số được nhúng trong một số dài như một số thẻ tín dụng, là kết quả của các phân tích toán học của các chữ số khác trong dãy số
* Phiên mã chính xác của dữ liệu này từ các tài liệu chính cho một tài liệu thứ cấp hoặc một bảng tính hoặc cơ sở dữ liệu
* Kiểm tra lỗi phiên mã
* Kiểm tra xem tất cả các mã liên kết dữ liệu này với một khách hàng, bệnh nhân hoặc quá trình cụ thể là chính xác; Ví dụ, một mẫu bệnh lý sẽ được liên kết bởi ít nhất hai mẩu thông tin như tên đầy đủ của bệnh nhân và ngày sinh
* Đảm bảo rằng mẫu thích hợp để thử nghiệm hoặc xử lý
* Đảm bảo rằng các xét nghiệm chính xác được thực hiện trên mẫu
* Kiểm tra xem QC dữ liệu mà có thể khẳng định chất lượng của dữ liệu nằm trong giới hạn
* Kiểm tra tất cả các dấu hiệu đóng và kiểm tra kép đã được hoàn thành.

**4. Thực hiện các tính toán cần thiết để đảm bảo kết quả này phù hợp với tiêu chuẩn hoặc những đánh giá và kỳ vọng**

Chú ý thuật ngữ:

Không bao giờ tin tưởng một từ điển cho các thuật ngữ khoa học. The từ điển Oxford mô tả các điều khoản chính xác và độ chính xác như sau:

* Chính xác – rõ ràng, chính xác, đúng
* Rõ ràng - chính xác, tính chính xác.

Chú ý rằng chúng chỉ ám chỉ đến cái khác và với chính xác hoặc tính chính xác và các kỳ hạn xuất hiện hoán đổi cho nhau. trong phòng thí nghiệm khoa học thực nghiệm ý nghĩa của chúng là khác biệt như đã nêu trong phần độ chính xác và rõ ràng dưới đây. Trong thế giới của đo lường và các phòng thí nghiệm độ chính xác không bao giờ có nghĩa là chính xác (xem bảng dưới đây). Khi đề cập đến khái niệm chung và đo lường trong phòng thí nghiệm thì các định nghĩa nghiêm ngặt về chính xác và độ chính xác phải được sử dụng.

Thật không may cho người lao động trong phòng thí nghiệm, cả những điều khoản chặt chẽ hơn được ghi chú và sử dụng trong một số khu vực trong phòng thí nghiệm nhưng không bao giờ nghe thấy ở những nơi khác.

Một lời giải thích về nghĩa của mỗi từ là:

 Độ chính xác: Làm thế nào để đo gần là giá trị thực sự.

Lưu ý rằng tất cả các phép đo có thể không chính xác có thể vì vậy chúng tôi không bao giờ có thể hoàn toàn chắc chắn rằng chúng tôi có giá trị thật sự. Đây là lý do tại sao chúng ta cần phải đánh giá phép đo không chắc chắn, nó định lương phép đo của chúng tax a giá trị thực bao xa.

Ví dụ, 100 ± 2 g.

* Độ lặp lại (Precision): Đây là một biện pháp lặp lại các giá trị thu được khi một mẫu thử nghiệm hoặc xét nghiệm được đo một số lần.

Lưu ý rằng nó là một trong những thành phần được sử dụng trong tính toán của đo lường không đảm bảo.

1. Sự sai lệch (Bias): Đây là một lỗi hệ thống trong các phép đo của chúng tôi. Nó chệch đo lường của chúng tôi (hiệu số họ) xa giá trị thực

.Lưu ý rằng các lỗi này xảy ra thường xuyên trong hệ thống đo lường của chúng tôi hoặc nó tùy thuộc vào điều kiện môi trường nhất định. Có nhiều yếu tố góp phần vào sự thiên lệch này và đây là tất cả các thành phần được sử dụng trong tính toán của đo lường không đảm bảo.

**Độ chính xác và không chắc chắn**

Độ lệch chuẩn là một phần được sử dụng để tính toán đo lường không đảm bảo.. Tất cả những bất ổn liên quan đến một phép đo có thể được kết hợp với nhau để cung cấp cho sự không chắc chắn tổng thể nhưng đây là một lĩnh vực phức tạp.

Không có những điều như một phép đo chính xác hoàn toàn. Điều này có thể là do những hạn chế của các dụng cụ sử dụng, thiếu kỹ thuật thích hợp cho từng người làm việc đo lường, hoặc môi trường (và nhiều người khác có thể) yếu tố. Tất cả những yếu tố góp phần vào sự thiếu chính xác trong đo lường tổng thể của chúng tôi được gọi là không đảm bảo đo lường.

Ví dụ, giả sử độ pH của dung dịch đệm được đo bằng máy đo pH là 7.00. Bạn có thể bị cám dỗ để suy nghĩ 'của pH là chính xác 7.00'. Tuy nhiên, nếu độ pH của các hỗn hợp thực sự 7,002, đồng hồ đã đọc cái gì? Các bộ đo vẫn sẽ đọc 7.00. Điều này có nghĩa rằng các máy đo có độ chính xác hạn chế.

Trong phần tiếp theo, bạn sẽ khám phá ra làm thế nào để tạo độ chính xác của một công cụ. Độ chính xác của phép đo có thể được cải thiện bằng cách lặp lại phép đo nhiều lần

(chính xác hoặc lặp lại), nhưng chỉ bằng cách lặp lại phép đo nhiều lần không đảm bảo đo lường chính xác. Nó chỉ mang đến một ước tính chính xác hoặc lặp lại của phép đo.

Ví dụ, đo chiều dài của gỗ 100 lần với với cùng một thước đo 1 mét mà thực sự là 0,95 mét dài sẽ không bao cho một phép đo chính xác. Nó cũng có thể làm cho căn nhà sụp xuống!

Trong phần này, bạn cũng sẽ tìm hiểu làm thế nào để làm việc với sự không chắc chắn trong một tập hợp các phép đo. Cả chênh lệch và lặp lại là những thành phần của độ chính xác nhưng các thuật ngữ dễ nhầm lẫn khi nhiều phòng thí nghiệm chỉ sử dụng các số hạng chính xác và rõ ràng

Cũng có thể có các phép đo lặp lại nhiều (rõ ràng), nhưng sự chênh lệch lớn với giá trị thực sự dẫn đến một độ chính xác không phù hợp tổng thể với các dung sai mà chúng ta có thể làm việc. Điều này sẽ được giải thích thêm trong các chủ đề chính xác trong phần sau.

Độ chính xác hoặc lặp lại

Chúng ta đã thấy rằng một phép đo không thể hoàn toàn chính xác do những chênh lệch và / hoặc thiếu khả năng lặp lại. Sau đó làm thế nào chúng tôi xác định các yếu tố không chắc chắn trong một phép đo? Hãy suy nghĩ về những ví dụ về đo pH một lần nữa. Máy đo pH có thể đọc đến hai chữ số thập phân. Hãy để chúng tôi giả sử đo pH của dung dịch đệm. Nếu độ pH của dung dịch là 7,003, những gì sẽ đồng hồ đọc? Các đồng hồ đo sẽ đọc 7.00. [Lưu ý rằng độ pH không có đơn vị bởi vì nó là một tỷ lệ.]

Nếu bạn đo pH mười lần mỗi lần trả lời trên bộ đọc sẽ là 7.00 và bạn có thể nghĩ rằng câu trả lời của bạn là rất chính xác (lặp lại) và do đó rất chính xác (chênh lệch), nhưng các giá trị đo thực tế có thể được liệt kê trong các hoạt động sau . Ví dụ, chúng tôi đã liệt kê tất cả các khả năng sẽ mang lại một câu trả lời 7.00 chỉ có hai chữ số thập phân.

Nếu bạn không chắc chắn làm thế nào để làm tròn số tham khảo ý kiến người chỉ dẫn của bạn / người giám sát trước khi thực hiện các hoạt động sau đây.

Sự không chắc chắn do độ phân giải hạn chế của các công cụ Đối với một đầu đọc kỹ thuật số như một máy đo pH:

 - Lưu ý sự phân chia nhỏ nhất của các công cụ.

 - Chia bộ phận nhỏ nhất cho 2. Đây là thành phần không chắc chắn do độ phân giải hạn chế. Ví dụ, máy đo pH, chúng tôi đã thảo luận lần đọc đến 2 chữ số thập phân, ví dụ có thể đọc được 4,25. Trong trường hợp phân chia nhỏ nhất là 0,01. Sự không chắc chắn là sau đó (0,01 /2) = 0,005. Đây là những gì chúng tôi tìm thấy trong các hoạt động trước đó. Bây giờ chúng ta nhìn vào một ví dụ khác.

Đối với một hiển thị tương tự:

Ví dụ:

Viết các phép đo với sự không chắc chắn, từ công cụ hiển thị dưới đây.

1 2 3 4 5 6 7 8 9 Volts

1. phân chia nhỏ nhất là 1 volt nhưng số gia trong bộ chia có thể có thể được đọc xuống đến 0,1 V, tức là một phần mười của các bộ chia
2. Sự không chắc chắn = 1 ÷ 10 = 0,1 volt
3. Các phép đo được sau đó 4,3 volt (ước lượng bằng mắt) ± 0,1 volt.

Trong ví dụ này, đo là 4,3 volt và sự không chắc chắn là ± 0,1 volt.

Trong ví dụ trên, việc đánh dấu cách nhau khá rộng và đều đặn và bạn có thể ước tính nơi con trỏ nằm giữa hai điểm. Ví dụ, một ước lượng tốt của việc đọc tin sẽ được 4,3 volt. Quá trình này được gọi là nội suy. Đây là một cách hợp lệ của ước lượng và đo lường được sử dụng bởi nhiều người làm việc trong phòng thí nghiệm.

Trong nỗ lực hoạt động theo hướng dẫn này, bạn nên thực hiện theo các quy trình trong các ví dụ trên ghi nhớ rằng ứng dụng với quy mô kỹ thuật số hoặc tương tự đòi hỏi một cách tiếp cận hơi khác nhau như là một ước lượng tốt có thể được thực hiện trong một quy mô tương tự.

Sự không chắc chắn trong một tập hợp các phép đo lặp đi lặp lại

Đến nay chúng tôi đã thảo luận về những bất ổn liên quan đến việc sử dụng một công cụ để thực hiện một phép đo đơn giản. Tuy nhiên trong một số trường hợp, sự không chắc chắn là không bị giới hạn với giá trị này. Ví dụ, chúng ta hãy giả sử bạn đang đo tốc độ xung với một đồng hồ bấm giờ. Sự không chắc chắn trong thời gian đo lường sẽ bị điều chỉnh theo thời gian phản ứng của bạn chứ không phải là độ chính xác của đồng hồ bấm giờ.

Để ước tính sự không chắc chắn trong trường hợp như vậy, chúng ta phải lặp lại phép đo nhiều lần và lấy trung bình.

**5.** **Ghi nhận kết quả với độ chính xác hợp lý, rõ ràng và thống nhất**

Khi làm một phép tính trên giấy hoặc bằng cách sử dụng một máy tính, một thói quen rất tốt là làm một dự toán để cung cấp cho bạn một câu trả lời gần đúng. Nếu tính toán của bạn 'đồng ý' với ước lượng của bạn, sau đó bạn có sự tự tin rằng câu trả lời của bạn là đúng. Bạn sẽ hiểu, ví dụ, rằng câu trả lời có tính toán của bạn không phải là do một yếu tố của 10 mà có thể đến từ kết quả nhấn phím sai giá trị vào máy tính của bạn.

Sự xác định có thể liên quan đến việc làm tròn số trong tính toán để gần nhất với 0.1, 1, 5, 10 hoặc 100, khi thích hợp. Bằng cách này, việc tính toán là rất dễ dàng và thường xuyên có thể thực hiện trong đầu của bạn.

Chuẩn bị thông thường của 11L của một dung dịch axit đòi hỏi sử dụng 97mL của axit đậm đặc. Một ngày bạn cần phải chuẩn bị 6L dung dịch thay thế. Cần bao nhiêu hợp chất? Ước tính nhanh: 6L là khoảng ½ khối lượng bình thường và 97mL là khoảng 100 mL, do đó bạn cần khoảng 50ml. Việ ấy bạn nên sử dụng 52.9mL. Bởi vì việc tính toán cho phép với các ước tính bạn có tự tin rằng câu trả lời là đúng.

**6. Phân tích các xu hƣớng trong dữ liệu hoặc kết quả và kịp thời báo lại các kết quả chi tiết hoặc không điển hình cho nhân viên phụ trách**

Các biểu đồ độ chính xác và kiểm soát chính xác được sử dụng để xác định xem các quy trình hệ thống đo lường là trong kiểm soát hay xem kết quả được tạo ra bởi các hệ thống đo lường được chấp nhận không. Các biểu đồ kiểm soát cung cấp các công cụ để phân biệt các mô hình không xác định (ngẫu nhiên) sự thay đổi từ nhiều cách xác định (nguyên nhân không ngẫu nhiên). Kỹ thuật này sẽ hiển thị các dữ liệu thử nghiệm từ một quá trình hoặc phương pháp trong một hình thức mà đồ họa so sánh sự thay đổi của tất cả các kết quả thử nghiệm với các biến đổi trung bình hoặc được dự kiến của các nhóm nhỏ dữ liệu một cách hiệu quả, một phân tích đồ họa của biến thể. Giá trị trung bình hoặc có nghĩa được tính toán và sự phân tán (phân tán hoặc sắp xếp) được thành lập. Các bộ hoạt động thong thường thiết lập các giới hạn cảnh báo ở ± 2 độ lệch chuẩn trong khi giới hạn kiểm soát được thiết lập tại ± 3 độ lệch chuẩn trên mỗi bên của bình. Vì sự phân bố của hiển thị trung bình một dạng thong thường, xác suất của kết quả vượt quá giới hạn kiểm soát dễ dàng được tính toán. Các biểu đồ kiểm soát thực sự là một bài thuyết trình đồ họa của QC hiệu quả. Nếu thủ tục là trong kiểm soát, kết quả sẽ gần như luôn luôn nằm trong giới hạn kiểm soát được thành lập.

Phân tích xu hướng sử dụng các biểu đồ kiểm soát và cũng là quy trình khác được đề cập trong các đơn vị phân tích dữ liệu và báo cáo kết quả được thảo luận trong các chủ đề cụ thể.

**8. Khắc phục những vấn đề của quy trình hoặc thiết bị phân tích dẫn đến dữ liệu hoặc kết quả không điển hình**

**Những vấn đề của HPLC**

Thời gian lưu - đây là thời gian cho mỗi thành phần khi nó được rửa giải ra khỏi cột. Khi điều kiện chạy được xác định phù hợp sau đó thời gian lưu giữ sẽ không thay đổi đối với hợp chất đã cho. Vì lý do này, thời gian lưu được sử dụng để xác định từng thành phần các chất. Sự thay đổi thời gian lưu có thể là do sự thay đổi của một loạt các vấn đề. Một sự thay đổi tốc độ dòng sẽ có một tác động đáng kể về thời gian lưu.

Nguyên nhân của sự thay đổi tốc độ dòng có thể là do có một bong khí trong các ống dẫn đến bơm hoặc có thể là sự rò rỉ từ cột. Làm sạch bơm và đảm bảo pha động được khử khí sẽ ngăn chặn sự hình thành bong khí. Để kiểm tra xem có bị rò rỉ, dùng giấy thấm lau dọc xuống theo chiều dài của cột và xung quanh các mối nối. Nếu có ướt phải dừng và vặn chặt lại. Cần lưu ý rằng tiếp tục chạy khi cột bị vặt quá ren cũng có thể dẫn đến các vấn đề rò rỉ.

Một sự thay đổi trong thời gian lưu cũng có thể là do thành phần pha động. Đối với pha đảo của HPLC, pha động là hỗn hợp của nước và dung môi hữu cơ như methanol hoặc acetonitrile. Nếu pha động không được trộn đều, dung môi hữu cơ không được trộn chảy trong cột có thể dẫn đến làm ngắn thời gian lưu. Sự bay hơi của dung môi hữu cơ dẫn đến một sự thay đổi thành phần cũng có thể dẫn đến sự thay đổi thời gian lưu. Lọ chứa pha động phải được bọc kín và bảo quản cẩn thận, nếu sử dụng sóng siêu âm để đuổi khí trong dung dịch thì không được làm nóng.

Nhiệt độ cũng sẽ có ảnh hưởng đến thời gian lưu. Một hộp chứa cột nên luôn luôn được sử dụng để đảm bảo rằng sự thay đổi nhiệt độ môi trường sẽ không ảnh hưởng đến quy trình.

Các vấn đề áp suất - để đảm bảo sự hình thành của các pic đồng nhất, đã được phân giải áp suất phải được giữ như một tỷ lệ bình thường, ổn định là từ 1500 đến 6000psi. Có rất nhiều nguyên nhân gây ra các vấn đề áp lực bất thường.

Áp suất ngược cao có thể là do một cột chặn, việc sử dụng của một cột không đúng khi kích thước hạt quá nhỏ, độ nhớt của pha động quá cao hoặc sự lắng của muối. Sử dụng một cột bảo vệ để ngăn ngừa tắc nghẽn cột, thay đổi các cột bằng một cái khác với các hạt kích thước lớn hơn, sử dụng các dung môi có độ nhớt thấp hoặc nhiệt độ cao hơn và chuẩn hóa hệ thống xả nước sau khi sử dụng đệm tất cả sẽ giúp giảm các vấn đề áp lực cao.

Giảm áp lực có thể là do các máy bơm bị rò rỉ hoặc có thể bị thiếu hụt dòng chảy từ bơm. Làm sạch kiểm tra các van, thay thế cái van bơm và tháo nắp trên các bể chứa pha động là tất cả các cách để ngăn chặn giảm áp lực bơm.

Sự dao động áp lực có thể là do bong bóng trong bơm hoặc bơm rò rỉ. Làm sạch đường dây và khử khí pha động trước khi sử dụng cũng như kiểm tra van bơm nên giải quyết vấn đề này.

Tăng áp lực có thể là do dòng chảy bị chặn từ kết tủa muối. Mỗi dòng chảy nên được kiểm tra và làm sạch để loại bỏ tắc nghẽn. Mỗi dòng nên được làm sạch triệt để dung dịch đệm trước khi tắt hệ thống**.**

Pic không đồng nhất - bao gồm bất kỳ pic mà không phân tách hoàn toàn với một hình dạng đồng nhất. Có thể là các pic sẽ xuất hiện trong sắc ký đồ với pic thừa, pic lồi, pic rộng. Để đảm bảo kết quả được tính toán chính xác các vùng pic phải được lấy từ chỗ phân tách hoàn toàn, pic đồng nhất. Nếu tất cả các pic trong sắc ký đồ được sử dụngc vấn đề có thể nằm ở hệ thống hoặc các cột. Nếu chỉ có các pic rửa giải sớm bị ảnh hưởng thì có thể có vấn đề với đường dẫn dòng chảy. Nếu chỉ pic đơn bị ảnh hưởng thì có thể là một vấn đề hóa học cụ thể với hợp chất đặc biệt và sự tương tác với các pha động hoặc pha tĩnh.

**Hình 1. Các loại Pic**

Pic thừa có thể là do cột với tương tác hóa học phụ giữa mẫu và vật liệu đóng gói cột silica, ô nhiễm, cột quá tải hoặc khi sử dụng các cột cũ mà có thể đã bị giảm pha tĩnh đã nhồi. Sử dụng một hộp bảo vệ có thể giúp làm giảm các chất ô nhiễm hấp phụ lên bề mặt của pha tĩnh trong các cột và do đó kéo dài tuổi thọ của các cột.

Pic lồi là một vấn đề ít phổ biến hơn so với pic thừa. Nó có thể là do cột quá tải, mẫu dung môi không phù hợp với các pha động, có nhiệt độ thấp hoặc một cột bị hư hỏng. Khi dòng chảy bắt đầu xuất hiện trong một cột và khoảng trống xuất hiện các cột cần được thay

Khi điều này xảy ra mẫu được tách ra không đồng đều như là một phần của mẫu di chuyển nhanh xuống các kênh hơn phần còn lại của mẫu đưa đến pic lồi.

Pic bị tách có thể được gây ra bởi một chất gây ô nhiễm trong thủy tinh gây chặn một phần của cột. Khi tiêm, một số mẫu có thể được dẫn thẳng vào pha tĩnh trong khi phần khác đầu tiên phải chuyển hướng xung quanh chỗ ô nhiễm. Phần thứ hai của mẫu tiêm dẫn đến pha tĩnh rất nhẹ sau khi phần đầu tiên đã tạo được liên hệ và đã theo cách đó xuống cột. Kết quả là sắc kí đồ giống như có hai cách đi tách nhau bằng một phần nhỏ của một giây dẫn đến có được một cao điểm tách.

Đảo ngược các cột để pha động chảy theo hướng ngược lại của dòng chảy bình thường có thể được sử dụng để mở khóa các thủy tinhfrit. Phương pháp chuẩn bị mẫu cũng được sử dụng để giảm tiếp xúc của chất bẩn vào cột. Chúng bao gồm các bộ lọc hoặc ly tâm các mẫu trước khi tiêm.

Pic Gánh thường là kết quả của hai hợp chất chưa được phân tách và có thể được khắc phục bằng cách giảm kích thước mẫu hoặc sử dụng một dung dịch mẫu pha loãng. Ô nhiễm trong các cột cũng có thể dẫn đến pic gánh để làm sạch các cột có thể giúp giảm các vấn đề của pic gánh.

Pic rộng phổ biến nhất liên quan đến mẫu quá tải. Để đảm bảo pic nhọn tốt khối lượng mẫu phải được hạ xuống hoặc các mẫu pha loãng trước khi tiêm. Các cột chính nó cũng có thể dẫn đến pic rộng.

**Bài 5: Duy trì môi trường làm việc an toàn**

**Mã bài: 05**

**Giới thiệu:**

 Bài học giới thiệu về một số yêu cầu để duy trì môi trường làm việc an toàn khi sử dụng kỹ thuật sắc ký.

**Mục tiêu:**

 - Xác định các công cụ hư hỏng, công cụ nguy hiểm và công cụ an toàn và điều khiển đo đạc liên quan đến phương pháp quản lý mẫu chuẩn bị và phân tích

 - Thiết bị bảo vệ cá nhân và quy trình an toàn cụ thể cho phương pháp xét nghiệmcũng như nghuyên liệu được xét nghiệm

 - Tối thiểu sự tạo rác và ảnh hưởng môi trường.

 - Đảm bảo bố trí an toàn rác thải phòng thí nghiệm (đuwọc bọc lại trước )

 - Làm sạch, chăm soc và bảo quản công cụ và có thể tiêu huy trong sự thỏa thuận với doanh nghiệp

**Nội dung:**

**1. Giảm thiểu sự tạo ra chất thải và ảnh hƣởng môi trƣờng.**

Thế giới hiện đại có tầm quan trọn của môi trường, quản lý rác thải, tái tuần hoàn, ô nhiêm và vật liệu thay thế. Chỗ làm việc của bạn cũng không khác và như bạn đã tìm hiểu công việc thu thập mẫu, thiết bị, bạn sẽ nhớ những yếu tố sau:

- Rác thải nào sẽ tạo ra như kết quả thu thập của tôi?

 - Tôi có thể giảm tối thiểu rác thải này như thế nào?

Phương pháp đơn giản lien quan và có thể tom tắt trong một số bước saus:

 - Xác định mọi tình huống tạo rác thải

 - Nghĩ cách để giảm thiếu những yếu tố này mà không ảnh hưởng đến công việc của bạn

 - Thay thế bất kỳ tác động nghuy hiểm nào nếu có thể

 - Giảm giá trị, số lượng, kích thước của các yếu tố, rác thải, thiết bị nguy hiểm.

 - Mang rác thải và vật liệu qua bên trái bạn. Đừng để chúng trên xe của bạn.

Bạn sẽ làm gì trong các tình huống sau để giảm thiểu rác thải? Suy nghĩ về tất cả các thay đổi có thểngay cả những đièu không thường xuyên.

- Các mẫu ống thuốc thử được sử dụng là asen

- Tại nhiều điểm thu chỉ số ít mẫu được thu gom hàng ngày.

- Lượng lớn khăn giấy được sử dụng để lau lên nước tràn.

- Bình chứa mẫu đắt không bao giờ được tái sử dụng.

- Chiếc xe của bạn bị rò rỉ bộ phận nhồi xăng

- Xe của bạn được rửa sạch bằng cách sử dụng một ống chạy.

Vấn đề pháp lý

Điều mà luật pháp nói về nhiệm vụ của bạn là một vấn đề.Thiết bị, thùng chứa, khu vực làm việc và xử lý các công cụ của bạn có thể bị nhiễm bẩn, và mẫu không sử dụng có thể bị bỏ qua. Trong trường hợp các mô người và các mẫu liên quan, trong đó có thể là bệnh truyền nhiễm và, xử lý được quy định một cách cẩn thận. Dược phẩm hoặc khoáng chất phóng xạ có độc tính cao có những hạn chế tương tự. Tất cả vật liệu đó có thể dẫn đến vi phạm pháp luật nhà nước và toàn thể nhân dân (ví dụ, OH & S, hàng nguy hiểm, phạt các tội phạm về môi trường và hành vi phạm tội) có thể điều khiển pháp lý. Bạn sẽ làm gì để đảm bảo sự tuân thủ pháp luật?

Trong mọi trường hợp, bạn phải thực hiện theo các thủ tục thiết lập cho mẫu cụ thể. Mỗi mẫu sẽ có độ nguy hiểm của nó được đánh giá và xử lý cần thiết, làm sạch và bảo vệ được mô tả trong các quy trình xử lý.

**2. Làm sạch, chăm soc và bảo quản công cụ và có thể tiêu huy trong sự thỏa thuận với doanh nghiệp**

Lưu trữ và làm sạch thiết bị thủy tinh

Một khi các phần của thiết bị đã được làm sạch và kiểm tra lỗi chúng ngay lập tức nên được lưu trữ ở một nơi thích hợp để ngăn chặn chúng từ:

 - Trở nên dơ bẩn nữa

 - Bị hư hỏng

 - Bị mất hoặc khó khăn để tìm thấy khi cần thiết

 - Bị ô nhiễm với các vi sinh vật, nếu tiệt trùng trước đó.

Nơi tốt nhất để lưu trữ thủy tinh và thiết bị là ở trong một cái tủ để bụi không bám vào. Một dấu hiệu lớn trên mặt ngoài của tủ sẽ hiển thị những gì được lưu trữ ở đó. Các dấu hiệu cần phải có tên của các mặt hàng thiết bị và kích thước của chúng được viết trên đó. Nó làm cho việc để thiết bị lưu trữ một cách hợp lý để nó có thể được thuận tiện lấy ra khi cần thiết. Bạn có thể nhóm thiết bị theo nhu cầu sử dụng hoặc các thí nghiệm, hoặc bạn có thể thích đưa tất cả các chai lưu trữ ở một nơi và tất cả các bình trong khác. Để cắt giảm chuyển động không cần thiết trong các phòng thí nghiệm, vật phẩm được sử dụng thường xuyên nhất nên được lưu trữ gần nơi họ sẽ được sử dụng. Các dụng cụ thường ít khi được sử dụng có thể được đưa vào một nơi mà ở xa các khu vực làm việc.

Các kích cỡ khác nhau và các loại (thủy tinh hoặc Pyrex) nên được giữ riêng biệt với nhau và dán nhãn cho phù hợp. Pyrex kính phù hợp cho nóng với nhiệt độ cao.

Không lưu trữ thủy tinh gần mép ghế hay bất kỳ nơi nào khác mà chúng có thể vô tình bị đẩy xuống. Hãy nhớ rằng, thủy tinh mong manh và dễ bị phá vỡ. Nhiều tai nạn trong phòng thí nghiệm là do sự vỡ kính.

Lưu trữ cốc, lọ, bình đo và bao bì đã mở khác trong tủ để ngăn ngừa ô nhiễm bởi các hạt trong không khí như bụi. Bình định mức nên được lưu trữ với nút chai của chúng. Nút chai dễ dàng bị mất và một bình định mức là vô ích nếu không có nút đúng phù hợp của nó.

Ống buret và ống hút có thể được lưu trữ theo chiều dọc trong kệ được thiết kế đặc biệt theo chiều ngang hoặc trong ngăn kéo. Họ thường được nhóm lại theo và kích thước. Lau chùi phải được thực hiện để bảo vệ các dụng cụ tinh tế và đắt tiền của thiết bị đo lường chính xác.

Lời khuyên pipette và ống buret (taps) đặc biệt dễ bị vỡ.

Một tập hợp các thiết bị chưng cất thường được lưu trữ trong một hộp xốp lót để tránh vỡ. Đó là một ý tưởng tốt để giữ cho tất cả các bộ phận với nhau, nhưng chưa lắp ráp, nếu bộ này là để được đưa đi.

Kính ống thường được mua trong các gói có độ dài 1,5 mét và phải được lưu trữ theo chiều ngang bằng nhựa hoặc gỗ có chốt.

**3. Duy trì hồ sơ phòng thí nghiệm**

* Nhập dữ liệu và kết quả đã được phê duyệt vào hệ thống quản lý thông tin phòng thí nghiệm (LIMS)
* Lưu giũ các bản ghi trang thiết bị theo thủ tục doanh nghiệp
* Duy trì an ninh và bảo mật dữ liệu của phòng thí nghiệm và thông tin doanh nghiệp
* Truyền đạt kết quả cho nhân viên thích hợp

**4. Nhập dữ liệu và kết quả đã đƣợc phê duyệt vào hệ thống quản lý thông tin phòng thí nghiệm (LIMS)**

Các hoạt động khác nhau trong một phòng thí nghiệm tạo ra một số lượng lớn các dòng dữ liệu, chúng phải được ghi nhận và xử lý. Một số trong những dòng chính là:

 - Mẫu đăng ký

 - Chương trình phân tích mong muốn

 - Kế hoạch làm việc và quá trình giám sát

 - Kiểm tra kích cỡ

 - Dữ liệu thô

 - Xử lý dữ liệu

 - Kiểm soát chất lượng dữ liệu

 - Báo cáo

 - Hóa đơn

 - Lưu trữ

Mỗi khía cạnh này đòi hỏi phải có giấy tờ điển hình của riêng mình mà hầu hết được thực hiện với sự giúp đỡ của máy tính. Như đã thảo luận trong chương trước, đó là trách nhiệm của các nhà quản lý phòng thí nghiệm để theo dõi tất cả các hướng và kết nối chúng để các chức năng riêng biệt của các phòng thí nghiệm thành một tổng thể. Để hỗ trợ anh trong nhiệm vụ này, người quản lý sẽ phải phát triển một hệ thống làm việc của hồ sơ và các tạp chí. Trong phòng thí nghiệm với bất ky kích thước nào, nhưng ngay cả với hơn hai máy phân tích, đây có thể là một công việc tẻ nhạt và dễ sai sót. Do đó, từ khoảng năm 1980, chương trình máy tính xuất hiện trên thị trường có thể tiếp nhận nhiều công việc này. Sau đó, năng lực của hệ thống quản lý thông tin phòng thí nghiệm (LIMS) đã được phát triển hơn nữa và giá cả của chúng đã tăng lên như vậy. Lợi ích chính của một LIMS là sự giảm mạnh của các thủ tục giấy tờ và cải thiện thu thập dữ liệu, dẫn đến hiệu quả cao hơn và tăng chất lượng của báo cáo kết quả phân tích. Như vậy, một LIMS có thể là một công cụ rất quan trọng trong việc quản lý chất lượng.

**5. Lưu giũ các bản ghi trang thiết bị theo thủ tục doanh nghiệp**

Các yếu tố cần thiết của một LIMS là liên kết cơ sở dữ liệu trong đó dữ liệu phòng thí nghiệm được tổ chức hợp lý cho việc lưu trữ và phục hồi nhanh chóng. Về nguyên tắc, một LIMS lên kế hoạch, hướng dẫn và ghi lại lối đi của một mẫu qua phòng thí nghiệm, từ việc đăng ký của chúng, qua các chương trình phân tích, sự xác nhận các dữ liệu (chấp nhận hay từ chối), trước khi trình bày và / hoặc nộp hồ sơ các kết quả phân tích .

*Phần cứng*

Ban đầu, LIMSes được cài đặt trên máy tính chủ và máy tính phụ kết hợp với thiết bị đầu cuối. Tuy nhiên, với sự ra đời của máy tính cá nhân mạnh mẽ hơn, các chương trình được phát triển để có thể chạy trên một máy tính duy nhất (hệ thống sử dụng) hoặc trên nhiều máy tính với một máy trung tâm đóng vai trò là máy chủ (mạng, hệ thống đa người dùng). Các hệ thống tốn kém hơn cho phép nâng cao tính tự động hóa một phòng thí nghiệm bằng cách ghép trực tiếp của công cụ phân tích thành hệ thống. Máy in là một phần thiết yếu của hệ thống để gắn nhãn và in mã vạch cũng như cho các biểu đồ và báo cáo.

*Phần mềm*

Các phần mềm LIMS bao gồm hai yếu tố: thông thường là các bộ phận chức năng, và các cơ sở dữ liệu. Để sau này thường là một chương trình cơ sở dữ liệu tiêu chuẩn được sử dụng (ví dụ như dBase, Oracle,) nó cũng có thể được thực hiện cho các bộ phận chức năng nhất định như tạo đồ thị và tạo báo cáo. Các cơ sở dữ liệu được chia nhỏ vào các phần tĩnh và phần năng động. Phần tĩnh gồm các yếu tố mà chỉ thay đổi rất ít theo thời gian như định nghĩa của phương pháp phân tích, trong khi phần năng động liên quan đến khách hàng, mẫu, kế hoạch và kết quả.

Chức năng đặc trưng

 - Một số đặc điểm chính thông dụng của một LIMS như sau:

 + Đăng ký mẫu và công việc được giao với những con số độc nhất và tạo nhãn tự động.

 + Tạo các danh sách công việc hàng ngày để lập kế hoạch dài hạn.

 + Cho phép nắm bắt nhanh trạng thái của công việc (cấp phát công việc, back-log).

 + Thông báo về năng suất trong phòng thí nghiệm (cho mỗi phân tích, toàn bộ phòng thí nghiệm).

 + Tạo bảng điều khiển và phát tín hiệu vi phạm các quy tắc kiểm soát (kết quả vượt ra ngoài giới hạn hành động, vv).

 + Đánh dấu kết quả bên cạnh thông số kỹ thuật trước cài đặt.

 + Tạo các báo cáo và hoá đơn.

 + Cơ sở lưu trữ.

 + Cho phép kiểm toán (tìm kiếm dữ liệu, lỗi, vv).

**6. Duy trì an ninh và bảo mật dữ liệu của phòng thí nghiệm và thông tin doanh nghiệp**

Sau khi hoàn thành lấy mẫu, nó là điều cần thiết trong một số trường hợp mà tính bảo mật của các mẫu được duy trì ở tất cả các lần.

Ví dụ, thuốc thử nghiệm Olympic đòi hỏi việc thu thập mẫu nước tiểu vào hộp thích hợp tiếp theo là chuyển giao chính xác, lưu trữ, kiểm tra và báo cáo. Các mẫu phải được an toàn ở tất cả các khâu từ thời điểm thu cho đến khi thử nghiệm và sau đó (trong trường hợp xét nghiệm lại, kháng cáo, trường hợp tòa án, vv).

Bảo mật liên quan đến khái niệm về một chuỗi giám sát với các thỏa thuận liên quan và các tài liệu hỗ trợ chuỗi giám sát. Bất kỳ 'hư hỏng' trong chuỗi này, và sự khó khắn của nó để chứng tỏ (tại tòa án, ví dụ) các mẫu đã thử nghiệm là mẫu được thu thập. Duy trì các “chuỗi giám sát” đòi hỏi như một mẫu được truyền từ người này sang người tiếp theo (ví dụ lấy mẫu cho người xét nghiệm) các tài liệu cần thiết được ký bởi cả hai bên. Thủ tục này cho thấy những người có trách nhiệm với các mẫu bất cứ lúc nào và do đó tự tin rằng mẫu đã không bị giả mạo trên đường đi. “chuỗi giám sát” là điều cần thiết trong công việc pháp y và trong đó mẫu có ý nghĩa pháp lý hay sự liên can nghiêm trọng khác.

Chúng tôi đã thảo luận về sự cần thiết phải bảo quản mẫu, nơi chúng có thể bị ảnh hưởng bởi một số hình thức gây hư hại. người lấy mẫu cần biết ở giai đoạn nào sự bảo quản nên bắt đầu. Ví dụ, tại thời điểm mẫu được thu thập từ các điểm lấy mẫu trên dây chuyền sản xuất, hoặc mẫu thử có thể chờ đợi để trả lại cho các phòng thí nghiệm? Nó có thể là cần thiết, ví dụ, để làm tan giá một vật liệu cụ thể một cách nhanh chóng nó được nắm lấy hoặc có thể chỉ đặt mẫu trong tủ lạnh để trở lại trong phòng thí nghiệm một thời gian sau đó. Hãy tham khảo các thủ tục của phòng thí nghiệm để tìm hiểu chính xác làm thế nào để xử lý các mẫu khác nhau. Một điểm khác cần nhớ khi lấy mẫu là để đảm bảo tính toàn vẹn của các nguồn mẫu (khối vật liệu) được duy trì. Bạn không nên, ví dụ, chà đạp lên túi hoặc đồ chứa, nơi có một cơ hội làm hại hay làm ô nhiễm các vật liệu, hoặc của bao bì tách mở. Phơi bày các vật liệu ra môi trường bên ngoài có thể dẫn đến ô nhiễm vi sinh vật, hoặc một số nguyên nhận làm giảm giá trị khác khác gây lãng phí, hiệu suất kém, khi vật liệu được sử dụng cuối cùng.

Người lấy mẫu phải chắc chắn rời điểm / vị trí lấy mẫu trong tình trạng tốt. Có nghĩa là hành động lấy, chẳng hạn như siết lại nắp thùng, túi hoặc hộp đựng mẫu khác, tắt van mẫu và làm sạch bất kỳ lộn xộn hoặc sự trànmẫu. Điều quan trọng là để loại bỏ sự cố tràn của vật liệu có thể dẫn đến tăng trưởng vi sinh làm cho các khu vực xung quanh trở nên (ví dụ, thực phẩm dạng lỏng) nhầy nhụa và có mùi hôi.

Thu thập dữ liệu và tính toán sau đó thường được thực hiện "bên ngoài" của LIMS. Có thể với một máy tính bỏ túi, nhưng phổ biến hơn là trên một máy tính với một chương trình bảng tính loại tiêu chuẩn (như Lotus 123) hay với một sự cung cấp các công cụ phân tích. Các dữ liệu này sau đó được chuyền tay hoặc tốt nhất là điện báo hoặc đĩa mềm đến LIMS.

**7. Truyền đạt kết quả cho nhân viên thích hợp**

SPhòng thí nghiệm của bạn nên có các thủ tục để bảo vệ sự an toàn của thông tin nhạy cảm trong phòng thí nghiệm, dữ liệu và hồ sơ. Các thủ tục này có thể được lưu trong SOPs của bạn hoặc bạn nên tham khảo ý kiến người giám sát trong phòng thí nghiệm của bạn.

Hệ thống vi tính thường được sử dụng do tốc độ cao của chúng về truy xuất dữ liệu. Bạn nên chắc chắn rằng máy tính được bảo vệ chống lại các virus mới nhất và không bao giờ để lộ mật khẩu của bạn cho bất cứ ai. Một bản sao dự trữ không bao giờ được lưu trữ trong cùng một vị trí như ban đầu khi cả hai có thể sẽ bị phá hủy trong một vụ cháy.

Giữ gìn an ninh của hồ sơ bệnh nhân, hay các kết quả xét nghiệm nhạy cảm đối với một doanh nghiệp là rất quan trọng. Vì vậy, là nắm được vị trí nhạy cảm hoặc thông tin quan trọng tại bất kỳ thời điểm nào. Ví dụ, kết quả kiểm tra có thể được chuyển từ vùng này sang vùng khác và có thể theo dõi thông qua một tổ chức một cách nhanh chóng và hiệu quả.

Năng lực của phòng thí nghiệm để bảo vệ thông tin nhạy cảm có thể được yêu cầu bởi pháp luật hoặc một điều kiện đăng ký hoặc công nhận cụ thể. Các thủ tục và chính sách liên quan đến an ninh và bảo mật đảm bảo rằng bạn hàng, khách hàng và / hoặc bệnh nhân có độ tin cậy đối với các phòng thí nghiệm.

Các phòng thí nghiệm thường sẽ cung cấp một báo cáo xét nghiệm viết trên các mẫu đã được xử lý.

Khách hàng thường thiếu kiên nhẫn và sẽ liên hệ với các phòng thí nghiệm để kiểm tra tiến độ của các mẫu đã được gửi để xét nghiệm. Mỗi liên lạc với khách hàng sẽ được xử lý với sự nhạy cảm và quan tâm với các quy trình phòng thí nghiệm của bạn cho những vấn đề như thế này. Hãy chắc chắn rằng bạn kiểm tra tình hình trước khi bạn trao đổi với khách hàng khi kết quả xét nghiệm có thể có sẵn.

Trong nhiều trường hợp không được phép tiết lộ thông tin qua điện thoại ngay cả khi bạn chắc chắn nó là khách hàng mà bạn đang nói đến.

Cũng không phải là một ý tưởng tốt để phát tán các thông tin về kết quả kiểm tra trước khi báo cáo được phát hành. Báo cáo kiểm tra được ký bởi người có trách nhiệm sẽ kiểm tra tất cả các khía cạnh của việc thử nghiệm để đảm bảo chỉ thông tin chính xác được phát hành. Kết quả hứa hẹn ban đầu có thể tính là không có gì nếu nó sau này được phát hiện ra rằng có vấn đề với thiết bị, thủ tục hoặc các bản than mẫu. Chỉ có những người có trách nhiệm có thể phát hành các kết quả thử nghiệm. Nếu bạn không chắc chắn về độ chính xác của thông tin hoặc nếu bạn có thể tiết lộ thông tin đó, bạn sẽ liên hệ với người giám sát của bạn hoặc nhân viên phòng thí nghiệm cao cấp khác.

**Sách Giáo khoa và tài liệu tham khảo**

[1]. Nguyễn Kim Phi Phụng (2010). Hợp chất đại phân tử polysaccharide và protein. NXB ĐH Quốc gia TP. HCM

[2]. Nguyễn Kim Phi Phụng (2007). Phương pháp cô lập hợp chất hữu cơ. NXB ĐH Quốc gia TP. HCM

[3]. E. Heftmann (2004). Chromatography: fundamentals and techniques. Elsevier.