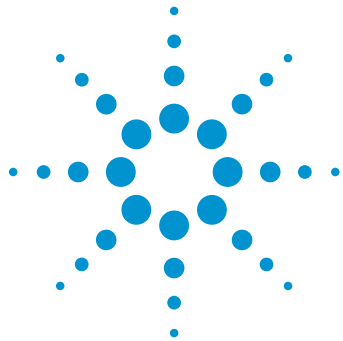




Наиболее эффективное представление данных в OpenLab CDS

Техническая информация

Введение

В последнее время методы хроматографического разделения претерпели значительное изменение, что позволило сильно сократить время анализа. Ультравысокоэффективная жидкостная хроматография (УВЭЖХ), колонки с частицами меньше 2 мкм и системы двухколоночной газовой хроматографии позволяют получать большие объемы хроматографических данных.

В результате современным лабораториям приходится обрабатывать и проверять огромные массивы этих данных, иногда включающие в себя тысячи пиков. Обработка данных обычно включает в себя обработку хроматограмм вручную, проверку базовых линий интегрирования пиков, калибровочных кривых, а также расчетных данных и результатов, чтобы убедиться, что они соответствуют требованиям. Кроме того, любой инцидент или аномалия, которая негативно влияет на производительность, требует немедленного анализа соответствующих данных для быстрого решения проблемы. Все эти факторы ведут к тому, что требования к функциям представления и обработки данных в ПО возрастают.

Peak Explorer, функция анализа данных в OpenLab CDS, ускоряет обработку данных проб сложного состава, предоставляя новый способ обзора и визуализации больших массивов данных, позволяя исследовать тенденции, определять недостающие или лишние пики, сдвиги времен удерживания, находить проблемы интегрирования, посторонние пики и искажения. Peak Explorer также позволяет быстро рассмотреть и оценить данные в ходе разработки метода.



Agilent Technologies

Возможности визуализации

Человеческий глаз — это мощнейший инструмент поиска аномалий в больших массивах данных, если только эти данные представлены нужным образом. Peak Explorer создан для представления хроматографических данных в специально оптимизированном виде для восприятия зрением человека.

Как видно на рис. 1, Peak Explorer отображает все пики сложного массива хроматографических данных (слева) на пузырьковой диаграмме (справа, где они легко читаются и можно определить любые аномалии. На оси X этой диаграммы представлено время удерживания, а на оси Y — номер инъекции загруженного массива данных. Размер кружка пропорционален определенному, выбираемому пользователем значению, характеризующему размер пика. Доступные для выбора значения включают в себя абсолютные и относительные значения площади и высоты пиков, их ширину, а также количество и концентрацию вещества пиков. На рис. 2 показана пузырьковая диаграмма, на которой для отображения выбрана площадь пика.

Представление данных в Peak Explorer легко настраивается и позволяет пользователю выбрать, что и как отображать. По умолчанию размер всех кружков прямо пропорционален выбранной величине, однако эту настройку можно включить или отключить. Нажатие на кружок показывает всплывающую подсказку с подробной информацией о соответствующем пике и выбранном анализе (голубая линия на рис. 2). Идентифицированные пики на диаграмме показываются оранжевым цветом, а неидентифицированные — голубым.

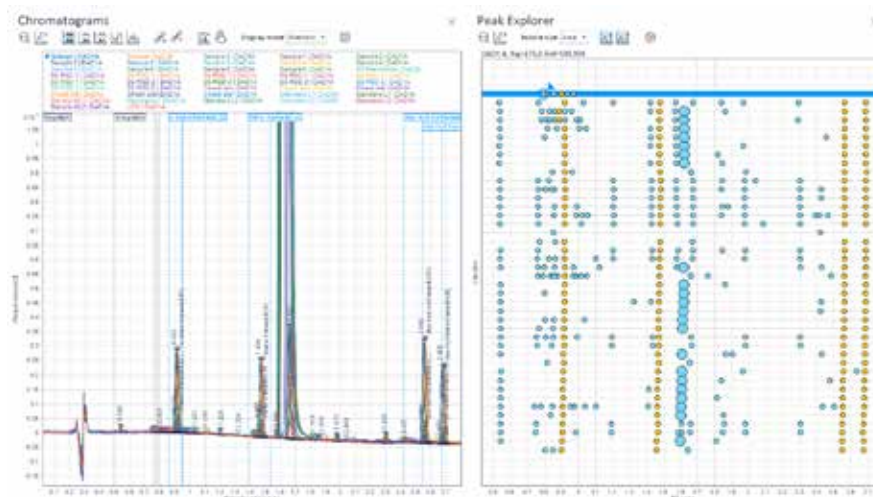


Рис. 1. Окно хроматограмм (слева) в сравнении с окном Peak Explorer (справа).

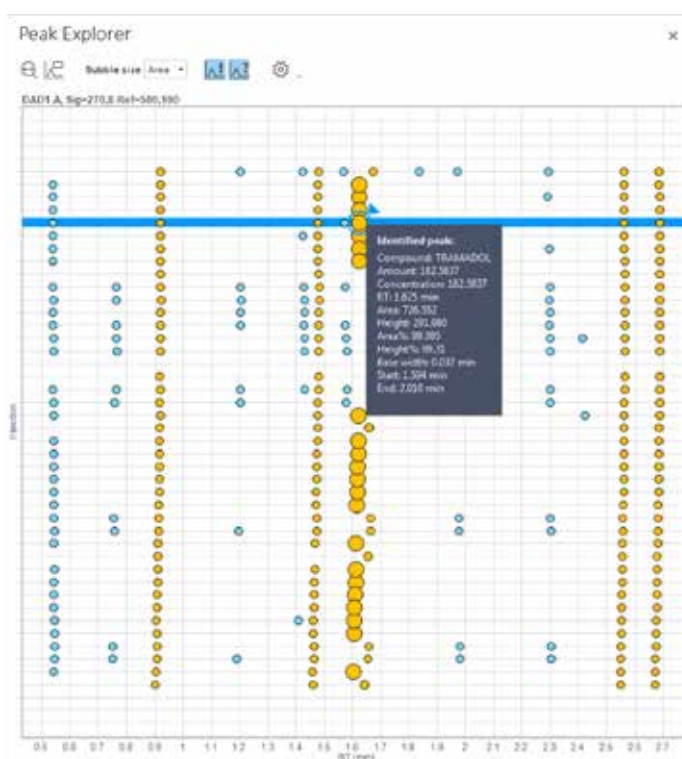


Рис. 2. Подробное представление данных в Peak Explorer. По оси X представлено время удерживания, а по оси Y — номер инъекции загруженного массива данных. Размер кружка пропорционален площади пика.

Как видно на рис. 3, это позволяет, сравнивая вид всех хроматограмм, легко находить лишние пики (в зеленой рамке), недостающие пики (в красной рамке), а также неправильно идентифицированные пики (в голубой рамке). Даже если массив данных состоит из тысяч пиков, такая диаграмма позволяет легко заметить в них пробелы и тенденции.

Как показано на рис. 4, пузырьковая диаграмма зависимости концентрации от времени удерживания позволяет легко представить и сравнить отклик детекторов для определенного соединения. В данном примере электронозахватный детектор (ЭЗД) обнаруживает соединение с временем удерживания около 3,5 минут, а азотно-фосфорный (АФД) — нет. Это демонстрирует селективность этих двух детекторов, а также то, что для данного анализа оба детектора необходимы.

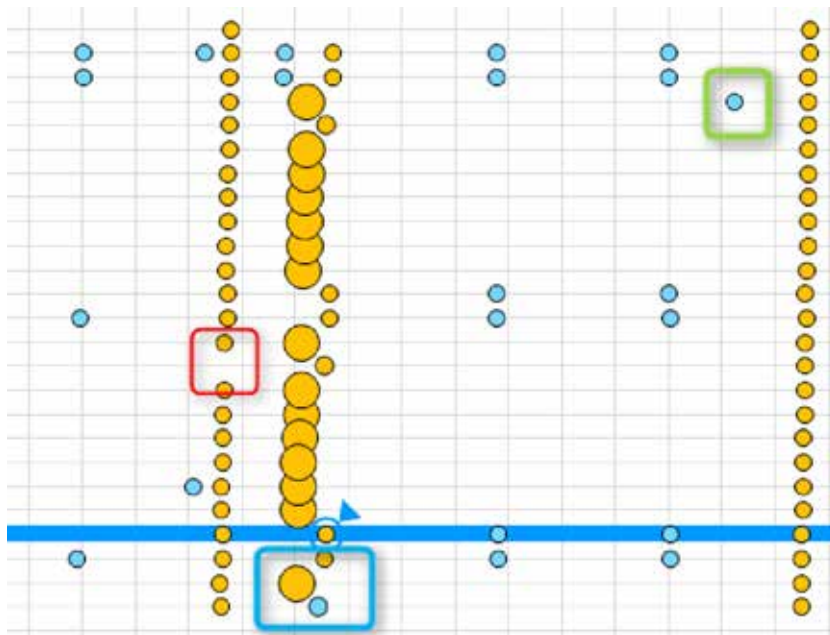


Рис. 3. Peak Explorer показывает, как быстро обнаружить лишний (в зеленой рамке), неидентифицированный (в голубой рамке) или недостающий (в красной рамке) пики.

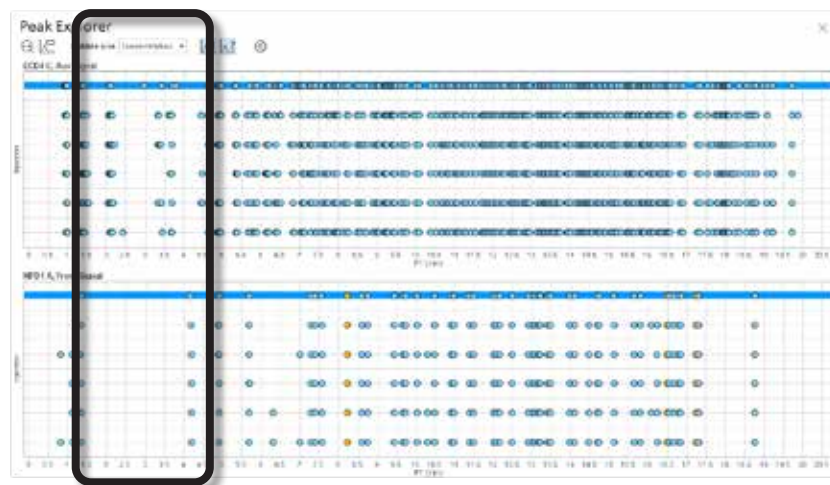


Рис. 4. Окно Peak Explorer позволяет легко отобразить отклик детектора. Вверху — отклик ЭЗД. Внизу — отклик АФД.

Сдвиг времен удерживания: насос или колонка?

Для точности и воспроизводимости результатов крайне важна стабильность систем ГХ и ВЭЖХ. Время удерживания — это фундаментальное качественное измерение хроматографических свойств соединения, и его стабильность — это важный параметр технического состояния системы. Время удерживания может изменяться из-за периодического обслуживания системы, например подрезки колонки в ГХ. Если в лаборатории один и тот же метод выполняется на нескольких приборах, время удерживания в каждом из них будет отличаться даже для, казалось бы, идентичных условий проведения эксперимента. Различия времен удерживания также усложняют сравнение данных между системами и данных, полученных в разное время.

Оценить воспроизводимость времен удерживания можно несколькими способами. Один из них — это расчет относительного стандартного отклонения (RSD) времен удерживания соединения по нескольким анализам. Другой — это визуальное сравнение наложенных друг на друга хроматограмм, как показано на рис. 5.

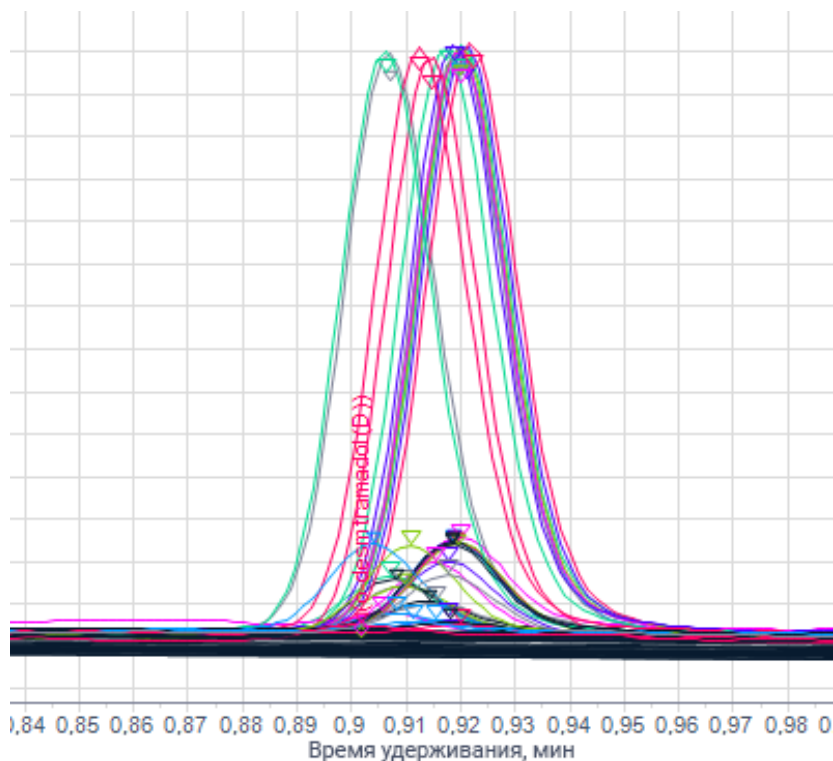


Рис. 5. Визуальная проверка воспроизводимости времени удерживания с помощью наложения хроматограмм.

Несмотря на то что оба эти подхода позволяют оценить стабильность системы, ни один из них не дает информацию о причине этой нестабильности. К нестабильности времен удерживания в системах ВЭЖХ могут привести воздух в насосе, проблемы со смешиванием растворителей, а также состояние колонки. Peak Explorer обладает уникальной возможностью анализа времен удерживания, позволяя быстро идентифицировать причину их нестабильности.

Как можно видеть на рис. 6, с каждым последующим анализом соединения его пики выходят все раньше и раньше. Увеличив область выхода определенного пика, можно явно заметить нестабильность времени удерживания этого соединения. Уменьшение времени удерживания указывает на проблему с колонкой или смешиванием растворителей. Воздух в насосе обычно вызывает случайное изменение времени удерживания, без тенденции к дрейфу в одном направлении. Использование наложения пиков или расчет RSD, скорее всего, не позволило бы заметить эту тенденцию. Полученная информация позволяет для устранения неисправности сфокусироваться на колонке или смешивании растворителей и быстро вернуть хроматографическую систему в рабочее состояние.

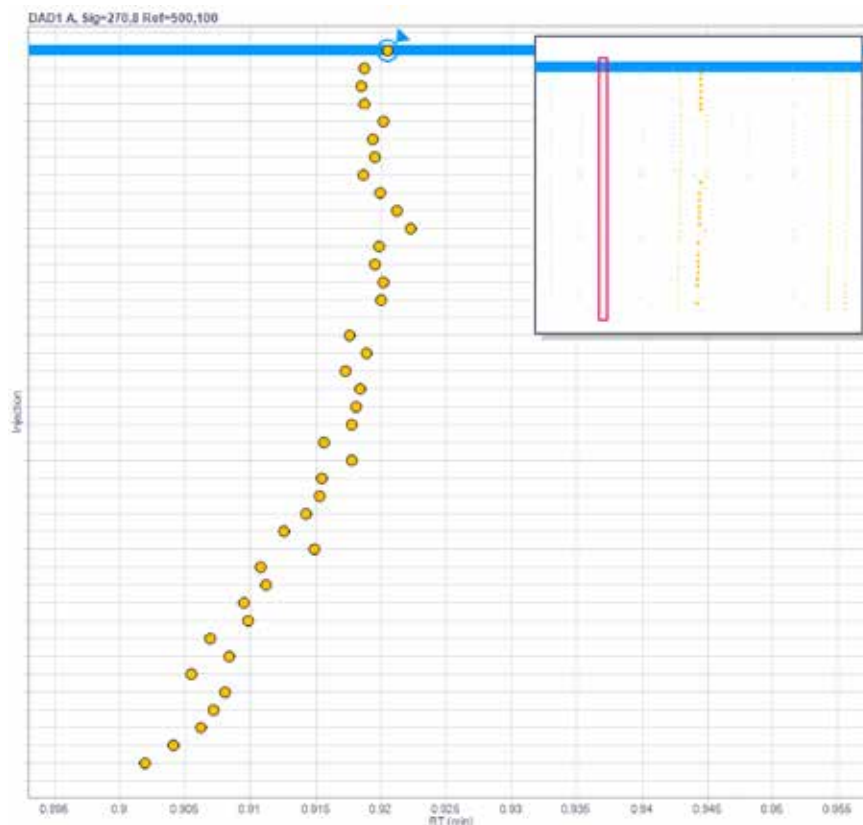


Рис. 6. Увеличение области выхода определенного пика одного из соединений явно показывает изменение времени удерживания в серии анализов.

Быстрая и простая проверка правильности интегрирования пиков

Проверка правильности интегрирования всех пиков — это очень утомительная работа. «Правильно проинтегрированный» пик обычно означает, что пик был проинтегрирован именно так, как указано в стандартном методе. Более того, пики должны интегрироваться одинаково, даже если от анализа к анализу базовая линия изменяется из-за шума или дрейфа. Без Peak Explorer проверка правильности интегрирования — это длительный и не поддающийся автоматизации процесс.

Peak Explorer позволяет избавиться от ручной проверки правильности интегрирования. В примере на рис. 7 в качестве значения, задающего размер кружка, первоначально выбрана ширина основания пика, что позволяет легко убедиться в том, что для всех анализов на диаграмме базовая линия проведена одинаково. При выборе одного из аномальных пиков программа автоматически увеличивает его в окне подробной информации о пике (рис. 8). Это позволяет быстро решить проблему с интегрированием, изменив параметры интегрирования в методе обработки данных или отредактировав базовую линию вручную.

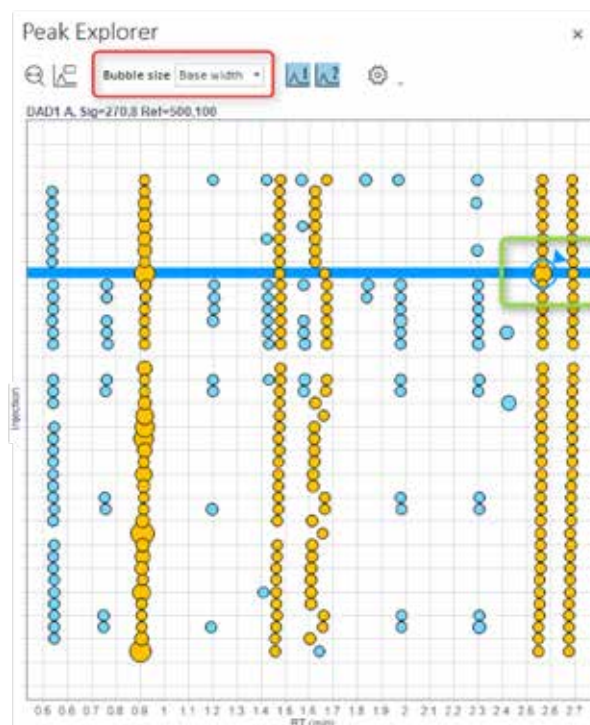


Рис. 7. Peak Explorer позволяет быстро обнаружить плохо проинтегрированные пики. Размер кружка пропорционален ширине основания пика (красная рамка). Аномальный пик (зеленая рамка) можно выделить для подробного изучения.



Рис. 8. Окно подробной информации о пике показывает параметры интегрирования выделенного аномального пика. Стрелки вправо и влево позволяют перейти к следующему или предыдущему пика для сравнения.

Быстрый просмотр данных при оптимизации метода

Оптимизация хроматографического метода требует сотен анализов и создает огромные массивы данных. Peak Explorer в сочетании с модулем LC Method Scouting Wizard (подключаемый модуль OpenLab CDS ChemStation Edition) позволяет легко подобрать оптимальную подвижную фазу, значения pH и колонку для наилучшего разделения соединений за минимальное время анализа. Рис. 9 показывает, как Peak Explorer позволяет видеть общую картину всех анализов. Выбрав пик одного из анализов, можно увидеть параметры данного анализа, заданные модулем LC Method Scouting Wizard, в окне информации о пробе (см. рис. 10). Очень большие кружки указывают на большую площадь пиков. Стандартные шаблоны отчетов OpenLab CDS позволяют подвести итог с результатами экспериментов по оптимизации метода.

Выводы

В сочетании со всеми возможностями ПО OpenLab CDS функция анализа данных Peak Explorer позволяет значительно повысить производительность лабораторий, обрабатывающих большое количество проб сложного состава. Peak Explorer увеличивает эффективность проверки сложных массивов данных. Собранные в одном окне данные и результаты хроматографии позволяют быстро и легко обнаружить искажения, выпадающие пики и тенденции. При обнаружении аномалий Peak Explorer позволяет легко получить подробные данные для установления причины и быстрого устранения проблемы.

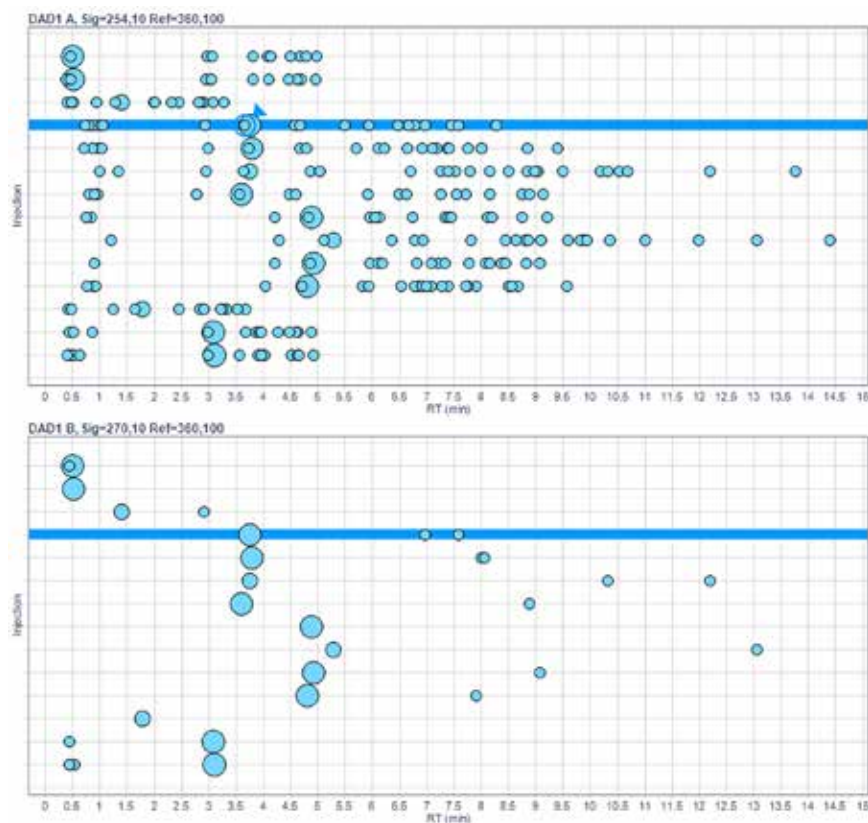


Рис. 9. Peak Explorer с модулем LC Method Scouting Wizard позволяет быстро просмотреть данные экспериментов оптимизации, даже если они проводились на более чем одном детекторе.

Sequence	
Name	1260METHTERNARY22 2010-08-17 10-34-57
Description	
Creation date	17-Aug-10 10:38:17
Created by	a.g.h.
Modification date	
Modified by	

Sample	
Name	c1pma
Description	C=SBAq S1=A1: water S2=C1: Methanol S3=D1: 2percent TFA G=Gradient 1 T=40.0 °C
Type	Sample
Level	
Sample amount	0
Multiplier	1
Dil. factor	1

Рис. 10. Выделив пик выбранного анализа (рис. 9), можно просмотреть параметры данного анализа в окне информации о пробе.

www.agilent.com/OpenLAB

Информация в этом документе может быть изменена
без уведомления.

© Agilent Technologies, Inc., 2016.
Напечатано в США 16 июня 2016 г.
5991-7058RU



Agilent Technologies