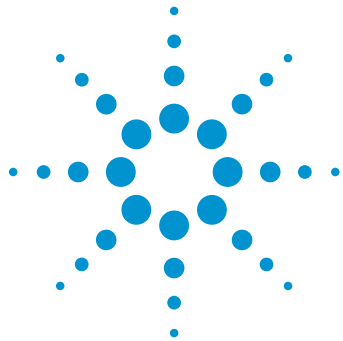




使用 OpenLAB CDS 实现更高效的数据审查

技术简报

前言

分离技术的重大进展显著缩短了色谱的运行时间。超高效液相色谱 (UHPLC)、亚 2 微米粒径液相色谱柱和双柱气相色谱 (GC) 系统能够收集大量的色谱数据。因此，实验室现在需要处理和审查非常大量的色谱数据集，有时其中会包含数千个峰。数据审查任务通常依靠色谱图的手动解析、峰积分基线、校准曲线和计算结果来确保所有数据符合指标。此外，出现任何影响分析效率的事件或异常，都需要立即对这些数据进行调查以快速解决问题。因此，这些因素也使更高效的数据审查与可视化成为一项迫切的需求。

Peak Explorer 是 OpenLAB CDS 的一项数据分析功能，提供了一种对大数据集进行导航和可视化的新方法，可以发现变化趋势、丢失/额外峰、保留时间漂移、积分问题、异常值和伪峰，从而加快复杂样品的数据审查。Peak Explorer 还能帮助您在方法开发过程中快速评估数据。



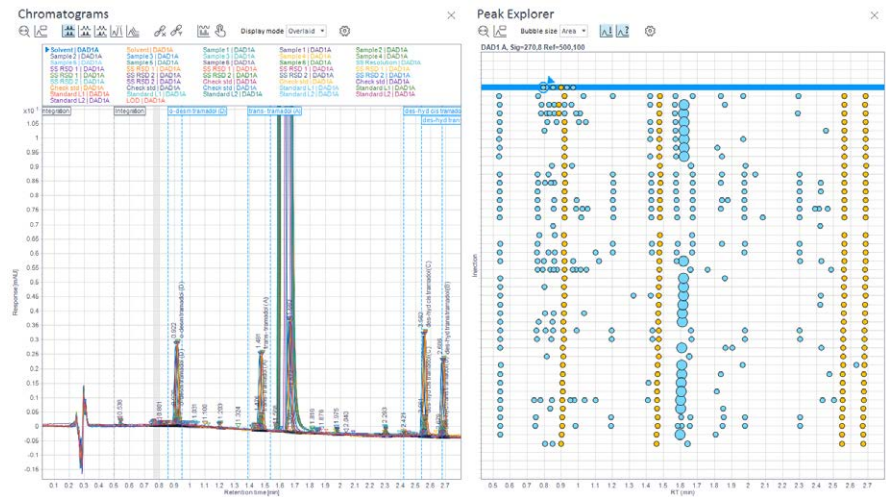
Agilent Technologies

可视化的优势

如果数据以恰当的方式显示，肉眼就能发挥强大的大数据集异常鉴别功能。Peak Explorer 经过专门设计，能够以最利于肉眼查看的形式展示色谱数据。

如图 1 所示，Peak Explorer 以气泡图（右）的形式展示了一个复杂色谱数据集中的所有峰（左），气泡图专为方便浏览异常情况而设计。X 轴为保留时间，Y 轴为加载数据集中的进样编号。显示的气泡大小代表用户选择的与峰大小相关的特定值。可选数值包括峰面积、峰高、峰面积百分比、峰高百分比、峰宽、峰含量和浓度。图 2 显示了选择峰面积进行展示的气泡图。

Peak Explorer 的数据显示可高度自定义，用户可以选择所显示的内容以及显示的方式。该软件默认显示所有峰从最小值到最大值的线性内插，而这一设置可以打开或关闭。单击某个特定气泡将出现提示框，并提供分析物的特定峰或所选进样（如图 2 所示的蓝色线）的更多详细信息。已鉴定的峰显示为橙色，未鉴定的峰显示为蓝色。



如图 3 所示，比较所有进样色谱图的指纹图谱，几秒钟内即可轻松找到额外峰（绿框）、丢失峰（红框）以及未正确鉴定的峰（蓝框）。即使在有数千个峰的数据集中，也能够轻松找到“孔”和峰模式。

如图 4 所示，当显示浓度与保留时间的气泡图时，可以轻松查看和对比检测器对特定化合物的响应。本例中，电子捕获检测器 (ECD) 在 3.5 分钟左右检测到化合物，而氮磷检测器 (NPD) 未检出化合物。这显示出了分析需要用到的两种检测器的选择性。

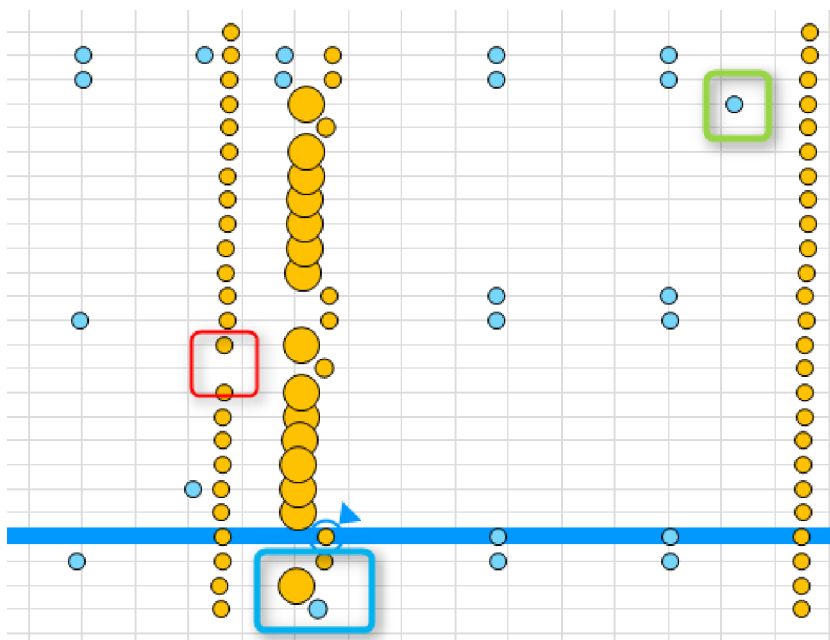


图 3. Peak Explorer 的显示方式能够快速发现额外峰（绿框）、未鉴定峰（蓝框）和丢失峰（红框）

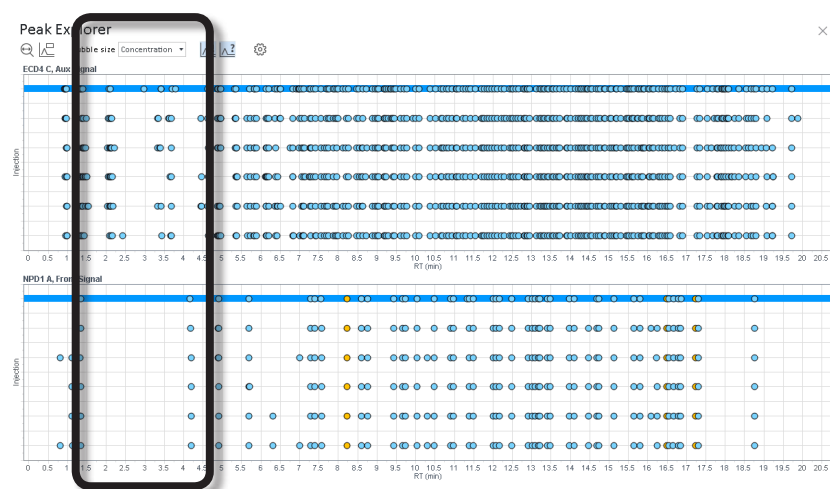


图 4. Peak Explorer 的显示方式可轻松实现检测器响应的可视化。上图：ECD 响应。下图：NPD 响应

保留时间偏移 — 泵问题还是色谱柱问题？

液相色谱或气相色谱系统的稳定性对生成准确并可重现的结果至关重要。保留时间是化合物色谱性质中的一项基本定性指标，保留时间稳定性是判断系统正常运行的一个重要参数。保留时间漂移由进行色谱柱切割等常规维护流程引起。在一个运行复制方法的多仪器实验室中，即使在看似相同的条件下运行，每种仪器的保留时间也有所不同。保留时间的差异也提高了仪器间和不同时间点的数据比较的复杂程度。

有几种方法可以确定保留时间重现性。一种是计算一个化合物一系列进样的保留时间相对标准偏差 (RSD)。也可以用图 5 所示的方式，叠加色谱图进行直观比较。

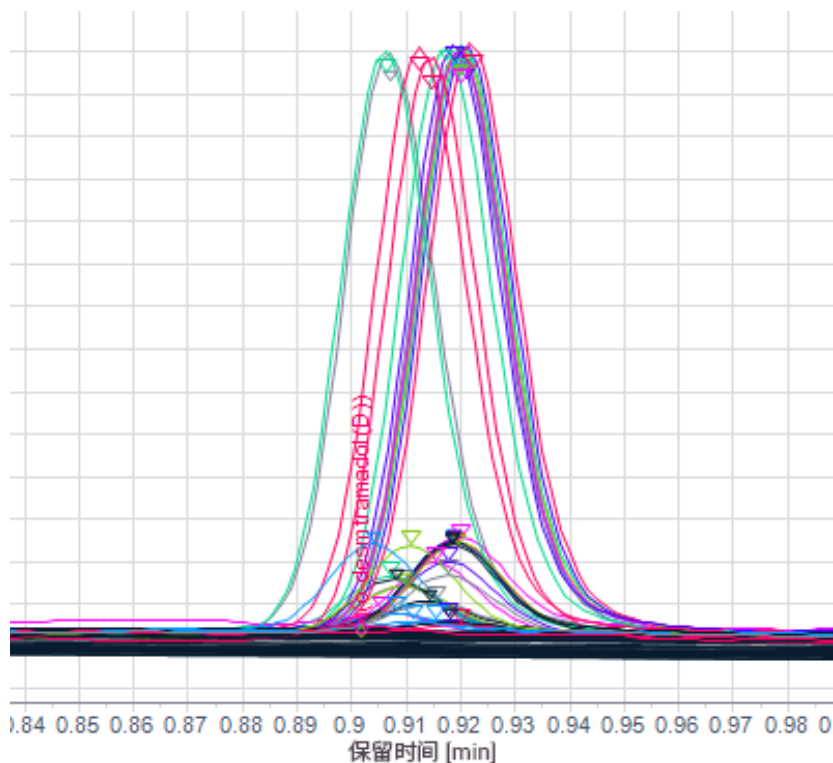


图 5. 使用叠加色谱图对保留时间重现性进行直观审查

虽然这两种方法都可以表明系统的稳定性，但两者都不能提供关于不稳定性原因的线索。液相色谱保留时间不稳定可能是由泵中空气、溶剂混合问题和色谱柱条件造成。Peak Explorer 提供了关于保留时间稳定性的独特视图，使用户能够更快地确定不稳定性的来源。

如图 6 所示，在一系列的进样中，某化合物的洗脱时间越来越早。对特定峰进行放大，清晰显示出化合物保留时间不稳定。洗脱时间过早表明色谱柱或溶剂混合出现问题。泵中的空气通常会造成保留时间不稳定，但不会有洗脱提前或延后的趋势。使用峰叠加或 RSD 计算后，这一趋势可忽略。重点关注修正色谱柱和溶剂混合有助于加快故障排除，使色谱系统能够快速恢复正常并重新运行样品。

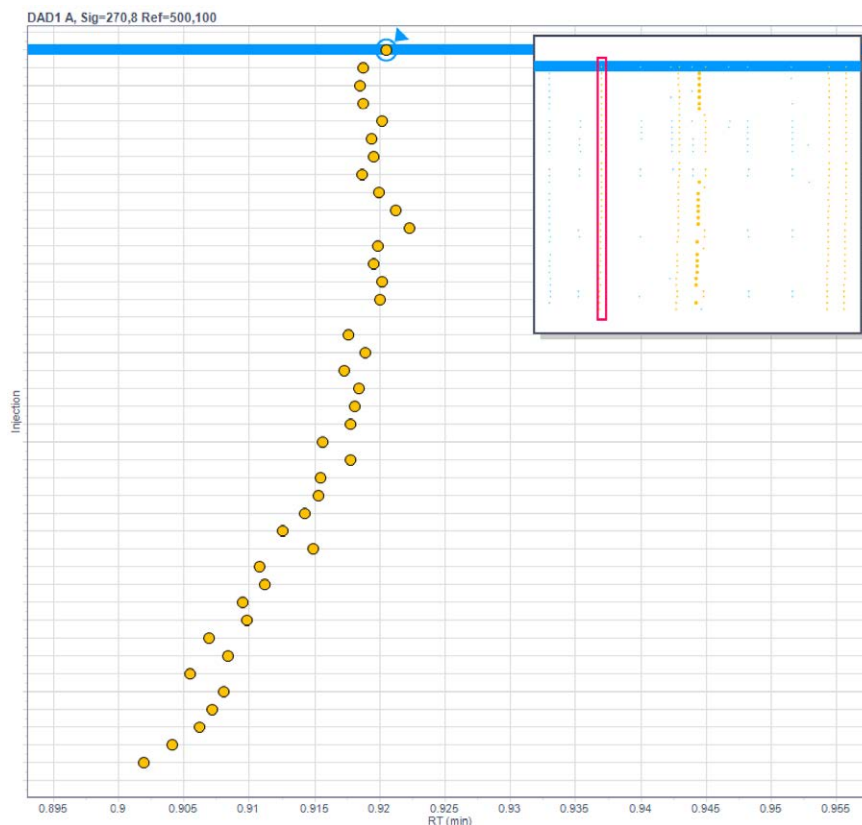


图 6. 放大单个化合物峰，清晰显示一系列运行中保留时间的变化

快速轻松地确保正确的峰积分

确保所有峰都得到正确积分是一项繁琐的数据审查任务。“正确积分”通常意味着一个峰按照标准方法的规定进行积分。此外，当进样间的基线因噪音或漂移发生变化时，用户也希望能实现一致的峰积分。如果不使用 Peak Explorer，用户必须用耗时的手动过程来检查积分。

Peak Explorer 免去了这一手动任务。在图 7 的示例中，首先将定义气泡大小的值设置为峰底宽，这样可以轻松看出显示的所有进样中峰的基线配置是否相同。在选择一个异常值时，软件会自动在“峰详细信息”中显示放大的峰（图 8）。通过改变处理方法中的积分参数或使用手动积分工具修正基线，可以轻松解决积分问题。

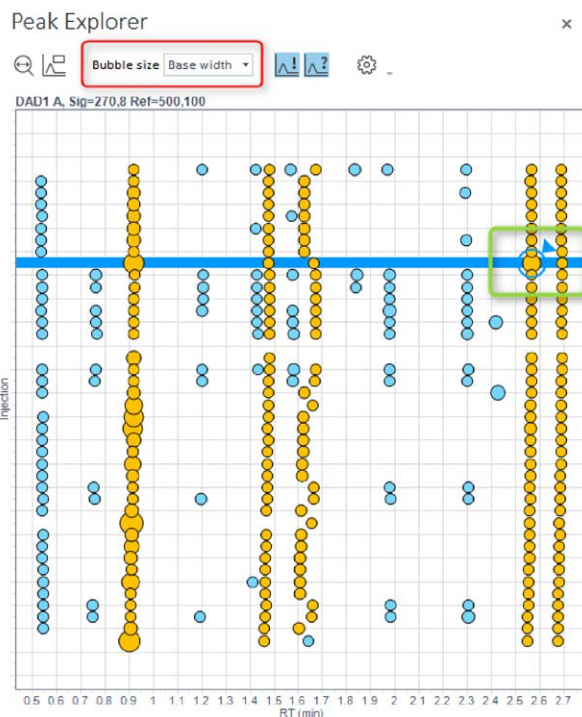


图 7. Peak Explorer 能够快速识别积分不佳的峰。将气泡大小设置为反映峰底宽（红框）。可以选中异常值（绿框）以进一步审查

峰详细信息

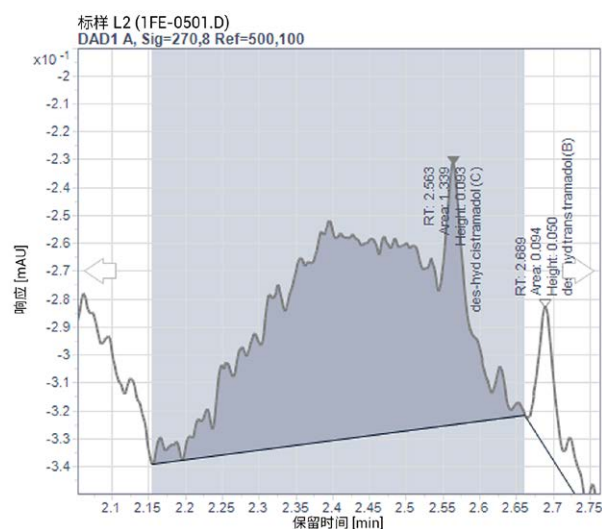


图 8. 峰详细信息窗口显示了选中异常值的积分。用户可以使用向前或向后箭头来审查下一个或前一个峰进行比较

加快方法优化数据审查

色谱优化需要数百次进样，会生成很大的数据集。Peak Explorer 与液相色谱方法筛选向导（OpenLAB CDS ChemStation 版的附加功能）结合使用，提供了一种寻找最佳溶剂、pH 和色谱柱的简便方法，从而可在最短的运行时间内实现化合物的最佳分离。如图 9 所示，Peak Explorer 显示了分离概况。从特定进样中选择一个峰，会在样品信息窗口（图 10）中显示通过液相色谱方法筛选向导设置的采集条件。越大的气泡表示峰面积越大。方法优化实验的结果可用 OpenLAB CDS 中的预定义报告模板进行汇总。

结论

Peak Explorer 与 OpenLAB CDS 提供的全套功能相结合，设计用于提高实验室处理大量复杂样品时的通量。Peak Explorer 提高了审查复杂数据集的效率。通过将色谱数据和结果显示在一个视图中，用户可以轻松快速地发现伪峰、异常值和峰模式。如果用户发现了异常，Peak Explorer 可以轻松对数据进行更深入的挖掘，从而确定问题原因，使问题得到快速修正。

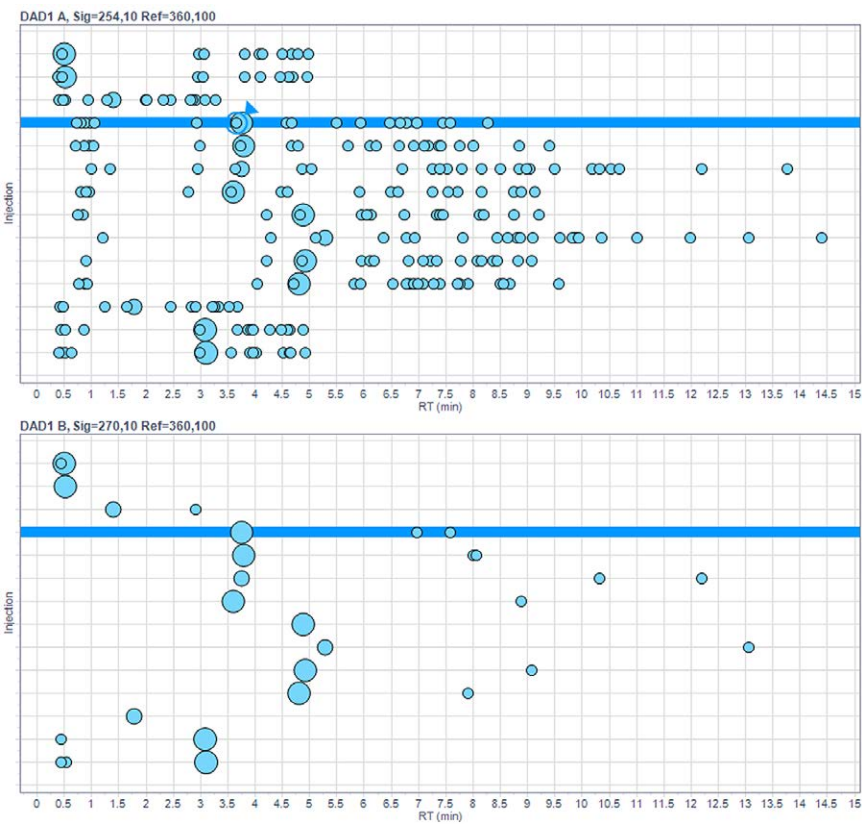


图 9. Peak Explorer 与液相色谱方法筛选向导结合使用，即使采集到多个信号也能快速审查优化实验

样品信息

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

siama

Description

C=SBAq S1=A1: water S2=C1: Methanol S3=D1: 2procent TFA G=Gradient 1 T=40.0 °C

Type

Sample

Level

Sample amount

0

Multiplier

1

Dil. factor

1

图 10. 从图 9 所示的特定进样中选择一个峰，在样品信息窗口中显示采集条件

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com/OpenLAB

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2016

2016 年 6 月 16 日，中国出版

5991-7058ZHCN



Agilent Technologies