



色谱工作站积分参数的应用发展及设置方法

唐闽杰, 张青松, 赵 平

(福建省测试技术研究所, 福建 福州 350003)

摘 要 本文综述了近几年来色谱工作站积分参数的应用发展及相应的设置方法。

关键词 色谱工作站; 积分参数

色谱工作站简单易用、精度高、可靠性强, 谱图数据处理的能力强大, 逐渐替代记录仪、积分仪成为色谱数据处理的首选工具, 近年来, 随着计算机技术的不断发展, 色谱工作站经历了 Dos、Win3.1、Win95、Win98、WinNT 几个不同平台, 由 Dos 的单通道单任务发展到现在 Win98、WinNT 下的多通道多任务系统, 数据处理能力不断提高, 积分参数也由原先的斜率峰宽法发展到斜率判峰法到目前新出现的峰宽自动参数模式, 本文就以几种常见中文色谱工作站为例, 简述色谱工作站积分参数应用发展及一般设置规则。

1 斜率、峰宽判峰法

此类工作站是在积分仪积分参数的基础上发展而来的第一代色谱工作站, 一般大多数 Dos 及 Win3.1 和早期开发的老牌 Win98 平台下的色谱工作站都是采用该判峰方式, 目前较为出名的有浙江大学信息工程研究所的 N2000 色谱工作站、北京泰立化公司的 TL9x 系列色谱工作站、大连化物所的江申工作站、杭州英谱的 HS 系列工作站等。

斜率、峰宽判峰法主要积分参数及其设置方法 (见表 1)

斜率: 斜率是工作站数据处理中用以判峰的一个重要条件。通常系统将斜率大于设置值的曲线判作峰; 一般来说, 峰形越陡峭, 斜率设置值越大; 斜率设置值应适当, 兼顾陡峭和平坦的峰, 太大易造成平坦峰漏判, 太小则容易把基线波动 (如噪音、漂移等) 误判为峰。

半峰宽: 指峰的半高宽度, 是峰处理过程中的另一重要参数, 工作站通常将半峰宽接近设置值 (一般为 0.5~1.5 倍设置值左右) 的曲线判为峰; 半峰宽设置值也应适当, 兼顾大峰和小峰, 以免漏判。

时间变参: 当采样时间间隔到达该设置值时, 工作站自动将半峰宽加倍、斜率减半; 一般情况下, 若该谱图无需中途改变半峰宽、斜率值可将该参数值设置为一个比采样结束时间更大的值; 若该参数为“0” (一般工作站默认值), 当某一个峰的起点到顶点的时间大于三倍峰宽值时, 工作站自动将半峰宽设置值加倍、斜率设置值减半。

漂移: 用于修正基线漂移, 一般设置为“0” (默认值), 由工作站自动修正。

作者简介: 唐闽杰 (1972), 男, 毕业于福州大学化工设备与机械专业, 本科, 现从事色谱仪器的技术服务工作。

最小峰面积: 滤峰参数, 使峰面积小于或等于该设置值的谱峰不参与计算。

最小峰高: 滤峰参数, 使峰高小于或等于该设置值的谱峰不参与计算。

峰高比: 拖尾峰识别参数, 两个不完全分离的峰的峰高比大于该设置值时, 判为拖尾峰。

表 1 斜率、半峰宽法参数设置一般规则*

平坦峰检测不到	斜率降低
基线噪音判为峰	斜率增加, 半峰宽增加
起峰点或落峰点偏高	斜率降低, 半峰宽增加
一个峰被分割成 2 个或多个峰	斜率增加, 半峰宽降低
两个小峰被判为一个峰	斜率降低, 半峰宽降低
后面的宽峰漏判或落峰点过高	斜率降低, 并正确设置时间变参值, 使半峰宽加倍、斜率减半
无关小峰或矮宽峰的过滤	设置适当的最小峰面积和最小峰高值

* 一般情况下斜率和半峰宽的增加或降低均以加倍或减半为准, 而后进行微调。

评价: 此类工作站的判峰参数设置上较为繁琐, 初学者往往很难设置出一套适合所有谱峰判峰要求的参数, 往往需配合时间程序、手动积分等工具才能按使用者要求将所有峰做出正确切割; 此类工作站的另一弱点是对负峰的判定或基线漂移较大时的峰 (如程序升温) 的切割几乎是只有依靠手动积分进行切割。总而言之, 此类色谱适合应用于气相色谱, 对于 HPLC 和离子色谱的某些方面应用可能存在某些不便。

2 斜率判峰法

此类工作站是由第一类工作站发展而来的新一代色谱工作站, 其主要判峰原理与第一类相似, 采用斜率法判定各个峰的起峰点和落峰点, 即当曲线斜率绝对值大于或等于设置值时, 系统认为该峰开始, 当曲线斜率绝对值小于或等于设置值时系统认为该峰结束, 唯一的区别在于它的判峰不再受半峰宽的影响, 它对完全分离和不完全分离的峰一般均可做出判定, 但切割的准确性不是很好; 此类色谱工作站目前为止我只见过北京英特公司的 SP-III3.0 色谱工作站。

2.1 斜率判峰法主要参数

峰斜率、最小面积、最小高度: 与第一类的斜率、最小峰面积、最小峰高同, 不再累述。

拖尾时间比: 拖尾峰识别参数, 两个不完全分离的峰的峰宽比大于该设置值时, 判为拖尾峰。

拖尾高度比: 拖尾峰识别参数, 两个不完全分离的峰的峰高比大于该设置值时, 判为拖尾峰。

2.2 斜率判峰法参数设置一般规则

该类工作站斜率值较好设置, 一般认为如果有峰漏判, 且最小面积、最小高度值设置值足够小的情况下, 只要降低斜率值即可, 当然, 斜率也不可太小否则易造成对基线噪音和波动的误判。

评价: 由于此类工作站我只找到了 SP-III3.0 一种, 故不敢对该类所有工作站妄加评论, 在此仅对 SP-III3.0 而言, 该工作站虽然判峰能力较强, 但仅靠其五个基本参数所作出的峰切割可能存在一定的误差, 特别是对不完全分离的峰的切割, 必须配合时间表程序或手动处理使用才能得到较好判峰效果, 且笔者拿到的版本中, 还存在峰切割线或显示或不显示的问题, 使用人无法通过显示窗口看到所有峰的切割情况, 相信在其新版本出现是该 BUG 会得到改进; 同时该工作站对负峰的判定和第一类一样要通过手动转换为正峰后, 才能进行正确计算, 故同样会给某些 HPLC 和离子色谱工作者带来不便。

3 峰宽自动参数模式

该类工作站是新近出现的新一代色谱工作站, 其积分算法与前两类色谱工作站有很大的不同, 它特有的谱峰智能辨识技术和高保真滤波方法, 通过对整条曲线的整体判定后, 采用模式聚类的方法, 由工作站内部自动估算出起始峰宽值, 在无人工干预的情况下一般能够对噪音和基线波动做出良好的判定, 并对 90% 以上的峰做出正确的判定, 目前见到的主要有中国色谱网的 sepu.net 色谱工作站、浙江大学环境工程研究所的傻瓜-2000 色谱工作站和杭州千谱公司的 HW2000 色谱工作站三种。

3.1 峰宽自动参数模式主要积分参数

峰宽或起始峰宽水平: 表明可正确辨识出的最小峰的峰宽, 是该类工作站判峰的主要依据, 太大或太小均可能造成峰的错判或漏判。

噪声或噪声滤除强度: 表明谱图基线的噪声水平; 加大此参数值会促使程序检测到隐藏在基线噪声里的扁平峰, 但却会影响程序对傍生在大峰肩部只露个头的重叠峰的判断 (因为它被“平滑”掉了)。减小此参数值会使程序将峰的起落点判得更靠近峰的主体一些, 并会将两个轻微重叠的峰之间的谷点拆为前一个峰的终点和后一个峰的起点 (即判两峰为分离峰)。

峰宽水平递增速度: 是 HW2000 特有高级积分参数, 设置峰宽随保留时间的增大变宽的速率, 除非谱图峰宽变化极大否则一般无需进行设置。

最小面积、最小高度: 与上述最小面积、最小高度同。

自动负峰检测: 是 sepu.net、傻瓜-2000 所特有的一个积分选项, 当该参数有效时, 工作站可自动辨识出基线以下的负峰, 该功能大大方便了某些离子色谱和液相色谱工作者, 使负峰的判定变得简单、准确。

3.2 峰宽自动参数模式参数设置一般规则

此类色谱工作站由于采用了先进的模式聚类法、特有的谱峰智能辨识技术和高保真滤波方法故一般无需人为参与参数的设置, 除非出现小峰漏判时, 适当减小峰宽值即可, 一般使用人很容易进行设置, 这里不再介绍。

评价: 该类工作站是目前为止最容易使用的色谱工作站之一, 使用人根本不必了解谱图数据处理原理, 所有工作可以更加集中在分析而非谱图处理方面; 该类工作站也配备了诸如手动积分、时间程序等工具, 为某些高级用户的使用提供了方便; 特别是 sepu.net 和傻瓜-2000 色谱工作站在负峰方面和基线漂移时的峰检测极具特色, 适于广大离子色谱和 HPLC 工作者的使用。

色谱工作站的优劣还涉及到数据采集的精度、数据存储的可靠性、手动积分能力、积分方法、积分结果的准确性、界面的友好程度以及报告输出等各个方面, 本文对上述工作站所

红曲的研究进展

边秀娟, 王 瑾, 包国荣

(福建中医学院, 福建 福州 350003)

摘 要 本文综述了红曲的化学成分、药理作用及在临床和食品工业上的应用

关键词 红曲; 化学成分; 药理作用; 应用

红曲是味药食两用的中药, 始载于元朝的《饮膳正要》^[1]。性温、味甘, 具有活血化瘀、健脾消食之功^[2]。千余年来, 红曲在酿酒、发酵食品、食品着色料等方面已经被广泛利用。近年来, 随着在红曲的发酵产物中重筛选出强效降血脂成分洛伐他汀 (lovastatin) 之后, 红曲的研究更引起了国内外学者的极大关注。本文就红曲的研究进展综述如下。

1 红曲药源

红曲为红曲霉属真菌接种于蒸熟的大米发酵而成。又名赤曲、红米、红糟, 分布于长江以南各地^[3]。红曲霉属 (*Monascus* Van. Tieghem) 为 Vantieghem 于 1884 年定的属, 其菌种有 6 种: 紫红曲霉 (*Monascus purpureus* Went)、红曲霉 (*M. anka* Nodazawa et Sato)、巴克红曲霉 (*M. barkeri* Dangerd)、红色红曲霉 (*M. ruber* Van Tieghem)、变红红曲霉 (*M. rubropunctatus* Sato)、烟色红曲霉 (*M. fuliginosus* Sato) 等, 但习惯上供药用的大多为紫红曲霉 (*M. purpureus* Went)^[2]。红曲呈长卵圆形, 类圆柱形或不规则形, 略扁, 长 5

作者简介: 边秀娟 (1977—), 女, 方剂学硕士研究生, 研究方向: 中药降自由基。

作的评价仅就积分参数单方面而言, 不代表对某个工作站的整体评价, 请各位读者在选择色谱工作站时结合其他因素进行综合考虑。

Advance of the chromatography workstation's integral parameter and its setting

Tang Minjie, Zhang Qingsong, Zhao Ping

(Fujian Institute of Testing Technology, Fuzhou, Fujian, 350003)

Abstracts This review has reported recent Advance of the chromatography workstation's integral parameter and its setting.

Key words Chromatography workstation; Integral parameter; Setting