

以氢化可的松为例-英迈 CAD 性能考察



1、实验目的：氢化可的松-考察英迈 CAD 性能

2、实验条件：

2.1 仪器： 英迈仪器 CAD 检测器（CADetector a1）

英迈仪器氮气发生器（Nitrogen Generator g15）

安捷伦液相色谱仪（HPLC-1200）

移液器（Finnpipette F1 20-200 μ L）

2.2 色谱柱：InfinityLab Poroshell 120 EC-C18 3.0*100mm 2.7 μ m

2.3 试剂：蒸馏水（屈臣氏），乙腈（Merck，HPLC 级）

2.4 样品： 氢化可的松（5mL:25mg）

2.5 流动相：乙腈：水=35： 65

3、实验过程：

3.1 实验条件：

流动相：乙腈：水=35： 65

色谱柱：InfinityLab Poroshell 120 EC-C18 3.0*100mm 2.7 μ m

柱温：35 $^{\circ}$ C

流速：0.4mL/min

稀释剂：乙腈：水=50： 50

CAD 条件：

漂移管温度：40 $^{\circ}$ C

雾化气流：3L/min

充电气流：1L/min

充电电流：1 μ A

Gain: 0.05

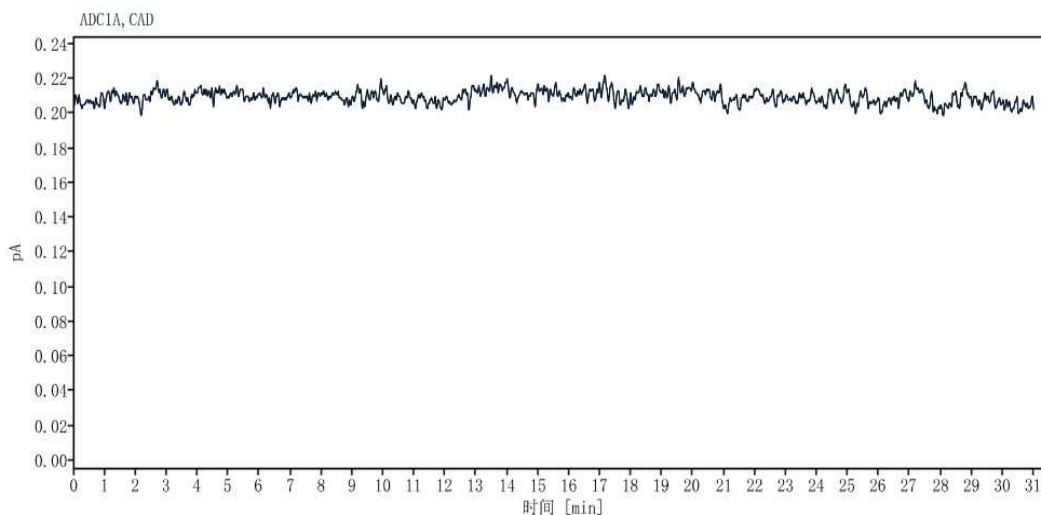
RF: 2.0

样品配置过程：

氢化可的松（5mL:25mg）母液浓度为 5mg/mL，用稀释剂逐步稀释得 3mg/mL，2mg/mL，1mg/mL，500 μ g/mL，400 μ g/mL，300 μ g/mL，200 μ g/mL，100 μ g/mL，1 μ g/mL，0.01 μ g/mL 等浓度。

3.2 实验结果:

3.2.1 基线噪音和基线漂移



噪声计算:

ASTM

信号:

ADC1A

开始 [min]	结束 [min]	6 Sigma	PtoP	ASTM	偏移	漂移
1	31			0.01184	0.007835	-0.005526

Noise /噪音 (ASTM)

Drift/漂移

测试结果

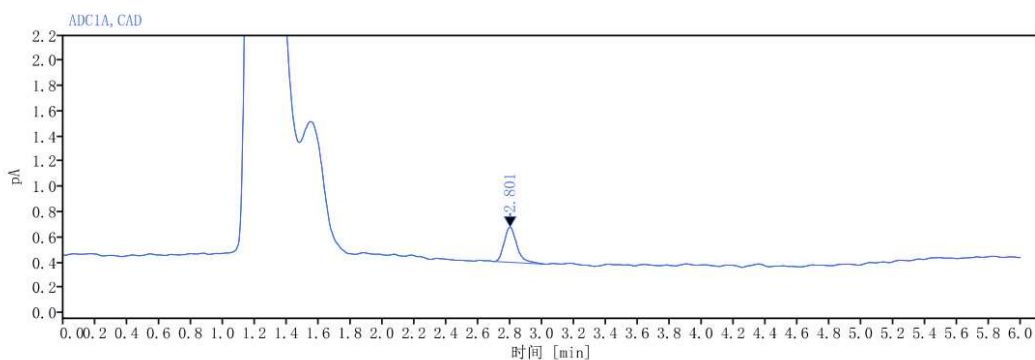
11.84fA

5.526fA

3.2.2 最小检测浓度

试样：0.01μg/mL 氢化可的松，进样 10μL

样品名称:	HC-0.01ug	操作者:	SYSTEM (SYSTEM)
仪器:	HPLC-CAD	进样日期:	2024-12-13 15:40:58+08:00
进样体积:	10.000 μL	位置:	17
采集方法:	HC. amx	类型:	样品
处理方法:	HC. pmx	样品含量:	0.00
手动修改:	无		



信号:	ADC1A, CAD						
	名称	保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰 噪声
	Hydrocortisone	2.801	BB	0.32	1.556	0.277	0.0254
				总和	1.56		

参考下列计算公式计算最小检测浓度:

$$C_{\min} = 2 \times \frac{H_N}{H \times 20} \times c \times V$$

式中:

$C_{\min}$ —— 最小检测浓度,单位为克每毫升(g/mL);

H_N —— 短期基线噪声,单位为 AU;

H —— 萘溶液的色谱峰高,单位为 AU;

20 —— 进样体积的折算值,单位为微升(μL);

c —— 萘-甲醇溶液浓度,单位为克每毫升(g/mL);

V —— 进样体积,单位为微升(μL)。

最小检测浓度 (g/mL)

测试结果

9.17×10^{-10}

3.2.3 线性范围

试样：100 μ g/mL, 200 μ g/mL, 300 μ g/mL, 400 μ g/mL, 500 μ g/mL;

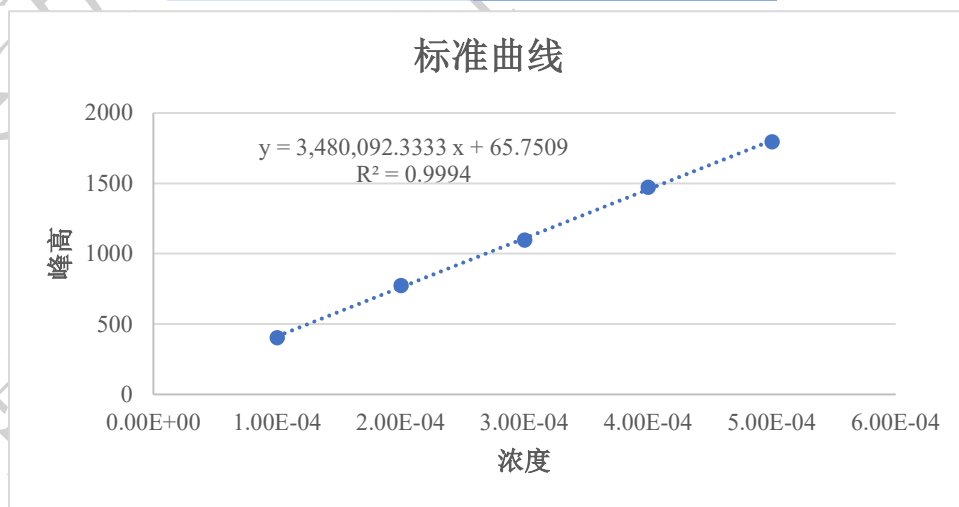
1mg/mL, 2mg/mL, 3mg/mL, 5mg/mL

试验程序：

依次将 100 μ g/mL, 200 μ g/mL, 300 μ g/mL, 400 μ g/mL, 500 μ g/mL 样品注入液相色谱仪，以浓度和对应的响应做标准曲线。

在曲线上找出氢化可的松得浓度大于 500 μ g/mL 各点的读数，与相应的各浓度点的测量值做比较，量值相差 5%时的浓度作为检测上限 C_H ，按照所得的最小检测浓度为检测下限 C_L 值， C_H/C_L 比值为线性范围。

浓度 (g/mL)	峰高 (pA)
1.00E-04	405.449
2.00E-04	775.2993
3.00E-04	1097.881
4.00E-04	1474.238
5.00E-04	1796.026



按照标准曲线计算测得样品浓度

峰高 (pA)	测得浓度 (g/mL)	理论浓度 *0.95	理论浓度 *1.05	理论浓度 (g/mL)
3460.858	9.76E-04	9.50E-04	1.05E-03	1.00E-03
6736.961	1.92E-03	1.90E-03	2.10E-03	2.00E-03
8755.447	2.50E-03	2.85E-03	3.15E-03	3.00E-03
10979.724	3.14E-03	4.75E-03	5.25E-03	5.00E-03

由此可得 C_H 为 2.00×10^{-3} g/mL, C_L 为 9.17×10^{-10} g/mL, 线性范围= C_H/C_L

线性范围

测试结果

2.18×10^6

3.2.4 整机性能（定性、定量重复性）

试样：10 μ g/mL, 100 μ g/mL 氢化可的松样品，各进样 5 μ L

试验程序：基线稳定后，向系统注入一定体积得葡萄糖标准溶液，连续测量 6 次，记录色谱图得保留时间和峰面积，计算相对标准偏差 RSD₆。

$$RSD = \frac{1}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \times 100\%$$

式中：

$\bar{X}$ —— n 次测量结果的算术平均值；

i —— 测量次数序号；

X_i —— 第 i 次测得的保留时间或峰面积；

测试结果：

体积	10 μ g		10 μ L	
	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
RSD%	0.440%	1.102%	0.403%	1.486%

HC-10UG 稳定性测试结果

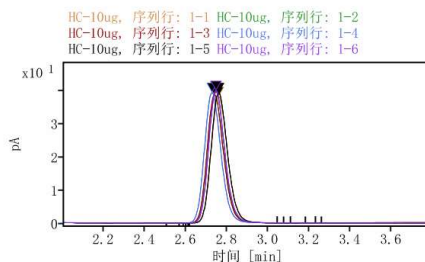
化合物： Hydrocortisone

预期信号： ADC1A

预期保留时间 (min)： 2.736

保留时间稳定性结果： 通过

峰面积稳定性结果： 通过



进样编号	样品瓶位置	进样体积 (ul)	进样日期	保留时间 (min)	峰面积
序列行: 1-1	13	5.000 μ L	2024-12-13 11:36:34+08:00	2.759	215.930
序列行: 1-2	13	5.000 μ L	2024-12-13 11:43:31+08:00	2.746	219.869
序列行: 1-3	13	5.000 μ L	2024-12-13 11:50:27+08:00	2.740	216.960
序列行: 1-4	13	5.000 μ L	2024-12-13 11:57:22+08:00	2.728	220.540
序列行: 1-5	13	5.000 μ L	2024-12-13 12:04:20+08:00	2.760	221.082
序列行: 1-6	13	5.000 μ L	2024-12-13 12:11:15+08:00	2.747	222.020
平均值:				2.747	219.400
STD:				0.012	2.417
RSD:				0.440	1.102

HC-100UG 稳定性测试结果

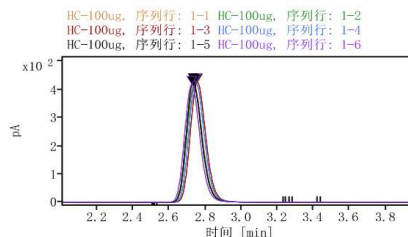
化合物: Hydrocortisone

预期信号: ADC1A

预期保留时间 (min): 2.736

保留时间稳定性结果: 通过

峰面积稳定性结果: 通过



进样编号	样品瓶位置	进样体积 (ul)	进样日期	保留时间 (min)	峰面积
序列行: 1-1	1	5.000 μ L	2024-12-13 10:12:49+08:00	2.737	2568.061
序列行: 1-2	1	5.000 μ L	2024-12-13 10:19:44+08:00	2.738	2529.249
序列行: 1-3	1	5.000 μ L	2024-12-13 10:26:39+08:00	2.756	2606.445
序列行: 1-4	1	5.000 μ L	2024-12-13 10:33:34+08:00	2.748	2624.897
序列行: 1-5	1	5.000 μ L	2024-12-13 10:40:30+08:00	2.733	2603.511
序列行: 1-6	1	5.000 μ L	2024-12-13 10:47:26+08:00	2.725	2543.025
平均值:				2.740	2579.198
STD:				0.011	38.339
RSD:				0.403	1.486

4、总结及讨论

结果总结:

项目	结果	建议参考要求
基线噪音	11.84fA	≤ 40 fA
基线漂移	5.526fA	≤ 40 fA/20min
最小检测浓度	9.17×10^{-10}	$\leq 5 \times 10^{-6}$ g/mL 氢化可的松
线性范围	2.18×10^6	优于 10^3
定性重复性	0.403% (100 μ g/mL)	$\leq 1.5\%$
定量重复性	1.486% (100 μ g/mL)	$\leq 4.0\%$

结果讨论: 由噪音漂移、最小检测浓度、线性范围、重复性等结果可知, 英迈 CAD 检测器灵敏度高、线性范围宽、重复性好, 整体性能好。

5、参考文献:

GB/T 26792-2019 液相色谱仪

JJG 705-2014 高效液相色谱仪