

以葡萄糖为例-英迈 CAD 性能考察



1、实验目的：葡萄糖-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）

奥豪斯天平（AR1530，精度 0.001g）

移液器（Finnpipette F1 20-200 μ L）

2.2 色谱柱：Alltech Chrom H+（氢型糖柱，300mm $\times$ 7.8mm，8 μ m）

2.3 试剂：屈臣氏蒸馏水

2.4 样品：D-Glucose（CHEM SERVICE，纯度 99.5%）

2.5 流动相：纯水

3、实验过程：

3.1 实验条件：

流动相：纯水

色谱柱：氢型糖柱，300mm $\times$ 7.8mm，8 μ m

柱温：60 $^{\circ}$ C

流速：1mL/min

样品浓度：葡萄糖 5 μ g/mL

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

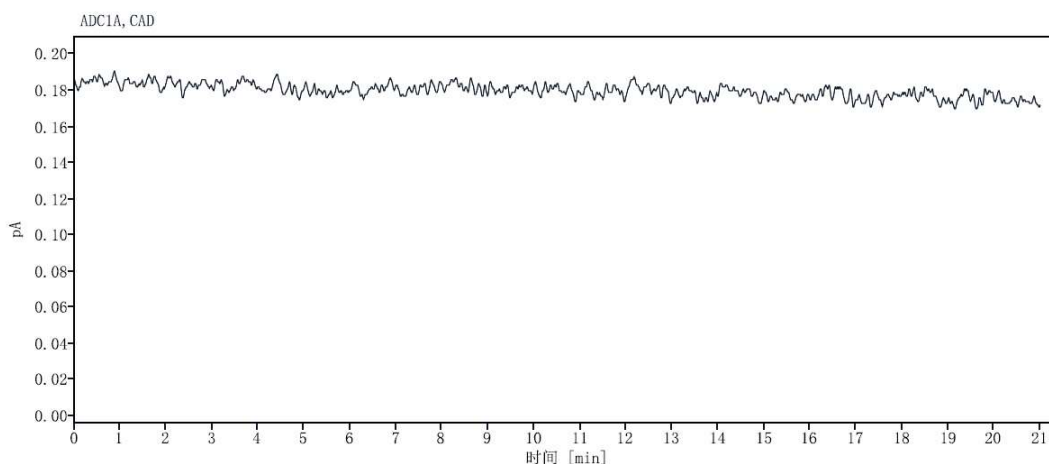
RF: 2.0

样品配置过程:

称取 0.100g 葡萄糖置 10mL 容量瓶，用纯水溶解并稀释至刻度得 10mg/mL 样品，以 10mg/mL 为母液，逐步稀释得 8mg/mL，7mg/mL，6mg/mL，5mg/mL，4mg/mL，3mg/mL，2mg/mL，1mg/mL 样品；以 1mg/mL 为母液，逐步稀释得 500 μ g/mL，400 μ g/mL，300 μ g/mL，200 μ g/mL，100 μ g/mL 样品；以 100 μ g/mL 为母液，稀释得 5.0 μ g/mL 样品；以 5.0 μ g/mL 稀释得 0.5 μ g/mL 样品，以 0.5 μ g/mL 为母液，稀释得 0.1 μ g/mL 样品。

3.2 实验结果:

3.2.1 基线噪音和基线漂移



噪声计算:

ASTM

From [min]	To [min]	6Sigma	PtoP	ASTM	Wander	Drift
1	21			0.009997	0.004394	-0.02527

Noise /噪音 (ASTM)

Drift/漂移

测试结果

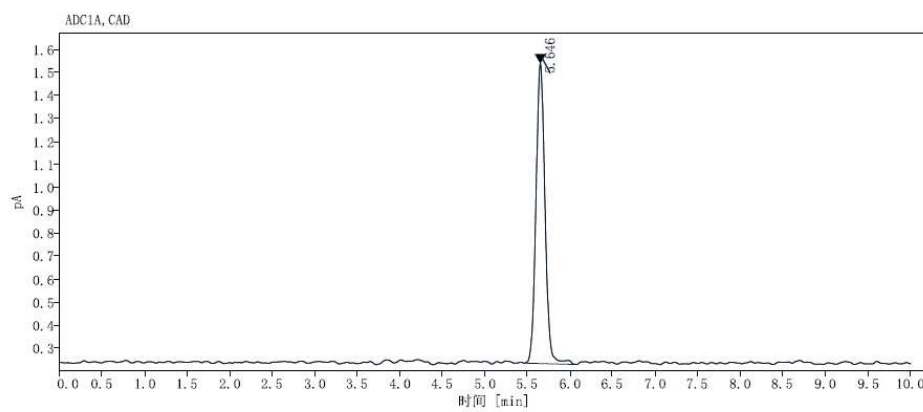
9.997fA

25.27fA

3.2.2 最小检测浓度

试样：5.0μg/mL 葡萄糖，进样 10μL

样品名称:	葡萄糖5ug	操作者:	SYSTEM (SYSTEM)
数据文件:	葡萄糖5ug-001.d	进样日期:	2024-12-05 12:15:24+08:00
仪器:	HPLC-CAD	位置:	2
进样体积:	10.000 μL	类型:	样品
采集方法:	水.amx	样品含量:	0.00
处理方法:	*葡萄糖.pmx		
手动修改:	无		
色谱柱:		序列号:	
直径:	0	长度:	死时间:



噪声计算: P2P

说明	保留时间 [min]	k'	ADC1A, CAD 峰面积	对称性 (经典)	峰_峰高	噪声
	5.646		9.63204	0.90	1.305	0.0117

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

4.48×10^{-8}

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；

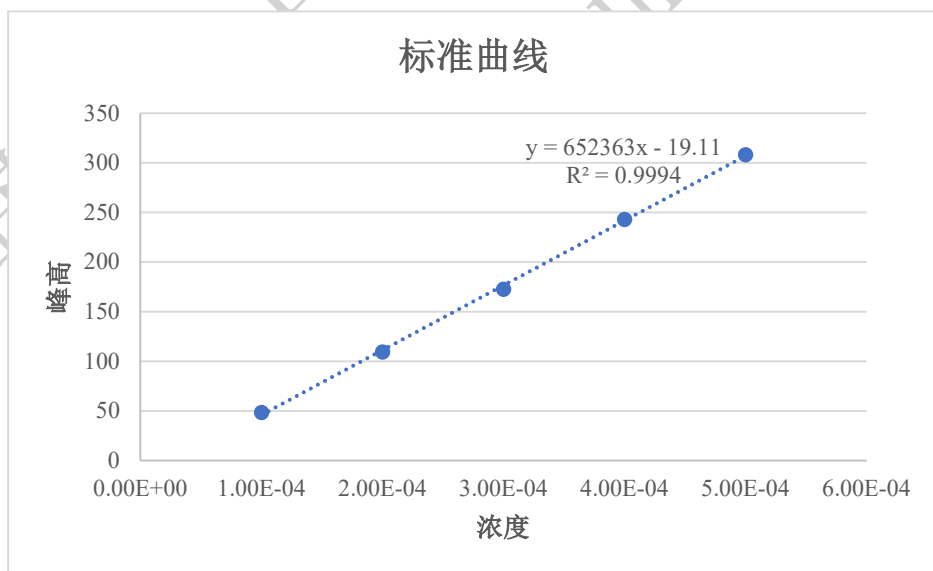
1mg/mL，2mg/mL，3mg/mL，4mg/mL，5mg/mL，6mg/mL，7mg/mL，
8mg/mL，10 mg/mL。

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。

在曲线上找出葡萄糖浓度大于 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	48.808
2.00E-04	109.756
3.00E-04	172.952
4.00E-04	243.223
5.00E-04	308.256



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)
644.668	1.02E-03	9.50E-04	1.05E-03	1.00E-03
1281.296	1.99E-03	1.90E-03	2.10E-03	2.00E-03
1847.819	2.86E-03	2.85E-03	3.15E-03	3.00E-03
2437.555	3.77E-03	3.80E-03	4.20E-03	4.00E-03
2949.144	4.55E-03	4.75E-03	5.25E-03	5.00E-03
3496.665	5.39E-03	5.70E-03	6.30E-03	6.00E-03
4464.148	6.87E-03	7.60E-03	8.40E-03	8.00E-03
5322.588	8.19E-03	9.50E-03	1.05E-02	1.00E-02

由此可得 C_H 为 3.00×10^{-3} g/mL, C_L 为 4.48×10^{-8} g/mL, 线性范围= C_H/C_L

线性范围

测试结果

6.69×10^4

3.2.4 整机性能（定性、定量重复性）

试样: 5μg/mL, 100μg/mL 葡萄糖样品, 5μg/mL 进样 10μL 及 20μL; 100μg/mL 进样 5μL

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 RSD_6 。

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

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	5 μ L		10 μ L		20 μ L	
	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
RSD%	0.109%	0.981%	0.171%	1.441%	0.106%	1.371%

葡萄糖100UG 稳定性测试结果

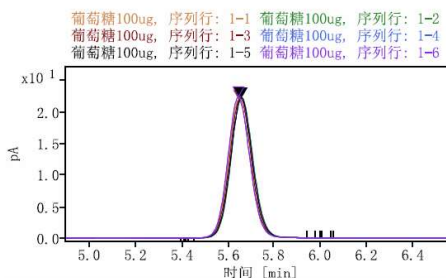
化合物: D-glucose

预期信号: ADC1A

预期保留时间 (min): 5.661

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 (u1)	进样日期	保留时间 (min)	峰面积
序列行: 1-1	3	5.000 μ L	2024-12-05 18:55:27+08:00	5.645	146.814
序列行: 1-2	3	5.000 μ L	2024-12-05 19:06:23+08:00	5.657	150.682
序列行: 1-3	3	5.000 μ L	2024-12-05 19:17:22+08:00	5.651	149.066
序列行: 1-4	3	5.000 μ L	2024-12-05 19:28:18+08:00	5.656	150.006
序列行: 1-5	3	5.000 μ L	2024-12-05 19:39:17+08:00	5.656	148.755
序列行: 1-6	3	5.000 μ L	2024-12-05 19:50:17+08:00	5.643	150.638
平均值:				5.652	149.327
STD:				0.006	1.465
RSD:				0.109	0.981

葡萄糖5UG 稳定性测试结果

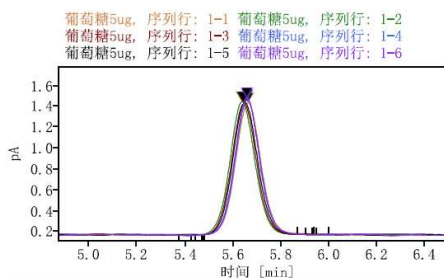
化合物: D-glucose

预期信号: ADC1A

预期保留时间 (min): 5.661

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 (u1)	进样日期	保留时间 (min)	峰面积
序列行: 1-1	2	10.000 μ L	2024-12-05 16:42:22+08:00	5.661	9.406
序列行: 1-2	2	10.000 μ L	2024-12-05 16:53:23+08:00	5.636	9.537
序列行: 1-3	2	10.000 μ L	2024-12-05 17:04:24+08:00	5.644	9.396
序列行: 1-4	2	10.000 μ L	2024-12-05 17:15:25+08:00	5.658	9.549
序列行: 1-5	2	10.000 μ L	2024-12-05 17:26:27+08:00	5.648	9.508
序列行: 1-6	2	10.000 μ L	2024-12-05 17:37:30+08:00	5.656	9.775
平均值:				5.651	9.529
STD:				0.010	0.137
RSD:				0.171	1.441

葡萄糖5UG 稳定性测试结果

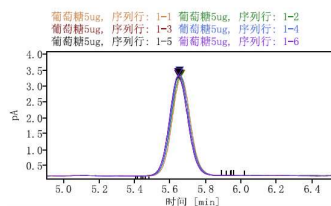
化合物: D-glucose

预期信号: ADC1A

预期保留时间 (min): 5.661

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	2	20.000 uL	2024-12-05 17:48:41+08:00	5.660	22.835
序列行: 1-2	2	20.000 uL	2024-12-05 17:59:50+08:00	5.654	23.040
序列行: 1-3	2	20.000 uL	2024-12-05 18:10:55+08:00	5.647	23.350
序列行: 1-4	2	20.000 uL	2024-12-05 18:22:02+08:00	5.651	23.667
序列行: 1-5	2	20.000 uL	2024-12-05 18:33:06+08:00	5.645	23.241
序列行: 1-6	2	20.000 uL	2024-12-05 18:44:15+08:00	5.645	23.522
平均值:				5.650	23.276
STD:				0.006	0.307
RSD:				0.106	1.317

4、总结及讨论

结果总结:

项目	结果	建议参考要求
基线噪音	9.997fA	≤40fA
基线漂移	25.27fA	≤40fA/20min
最小检测浓度	4.48×10 ⁻⁸	≤5×10 ⁻⁶ g/mL 葡萄糖水溶液
线性范围	6.69×10 ⁴	优于 10 ³
定性重复性	0.109% (100μg/mL)	≤1.5%
定量重复性	0.981% (100μg/mL)	≤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, 是检测非挥发性物质的良好工具。

5、参考文献:

GB/T 26792-2019 液相色谱仪

JJG 705-2014 高效液相色谱仪