

熊去氧胆酸-CAD 检测器检测报告



熊去氧胆酸，化学名称为 3 α ,7 β - 二羟基-5 β - 胆甾烷-24-酸，为有机化合物，无臭，味苦。医学上用于增加胆汁酸分泌，并使胆汁成分改变，降低胆汁中胆固醇及胆固醇脂，有利于胆结石中的胆固醇逐渐溶解。CAS 登录号: 128-13-2；EINECS 登录号: 204-879-3；中文名: 熊去氧胆酸；分子量: 392.572。

中国药典 2020 版，熊去氧胆酸有关物质采用薄层色谱法，含量测定采用滴定法，本文开发一种电雾式检测方法，以提高原方法的可应用性和重复性，同时提高杂质的检测限度，提高该药品的质量控制水平。

电喷雾检测器(charged aerosol detector, CAD)是最近几年发展起来的一种新型通用型检测器，它的检测与被测物质的分子结构无关，被测物质也不需要被电离，只要被测物质属于半挥发性或不挥发性化合物就可以采用 CAD 检测。同时，CAD 是一种质量敏感型检测器，被测物质响应值大小由所检测样品的绝对质量决定，只要所检测样品的绝对质量一致，其测得的响应值基本趋于相同，并且能得到较低检测限和较高灵敏度。

1、仪器和材料：

仪器：Agilent1200 液相色谱仪+CAD 检测器（英迈仪器，型号：CADetector a1）

试剂：乙酸铵，纯水（屈臣氏蒸馏水），甲醇（色谱纯），甲酸（分析纯）

样品：UDA21 及 UDP2451（用户老师友情提供，UDP2451 为粗品）。

2、方法与结果：

2.1 色谱条件：

色谱柱：ODS Hypersil 125 $\times$ 4mm, 3 μ m 柱温：40 $^{\circ}$ C 流速：0.8mL/min

进样量：10 μ L

流动相 A：5mmol/L 乙酸铵+0.1%甲酸水溶液 流动相 B：甲醇

梯度条件：

时间(min)	A	B
0	40	60
20	10	90
30	10	90
30.1	40	60
40	40	60

CAD 条件:

仪器型号: 英迈仪器 CADetector a1

漂移管温度: 40℃

雾化气流: 3L/min

极化电流: 1μA

极化气流: 1L/min

2.2 样品制备:

稀释剂: 甲醇-流动性 A (70: 30)

样品称取约 20mg, 置 10mL 容量瓶, 用甲醇溶解后, 使用 70%稀释剂稀释至刻度, 即得 (样品浓度: 约 2mg/mL)。

UDA21 样品制备 1%对照样品 (样品浓度: 20 μg/mL)

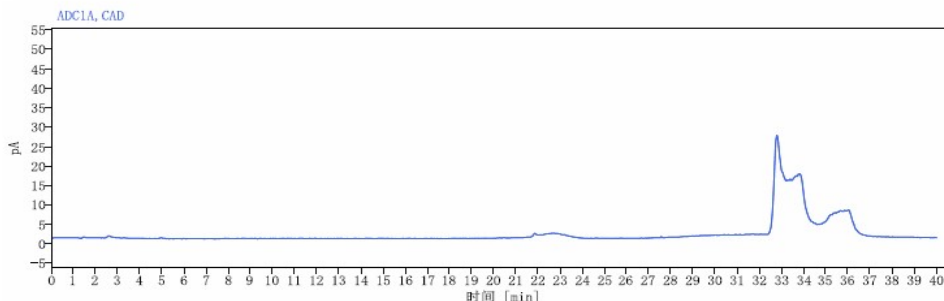
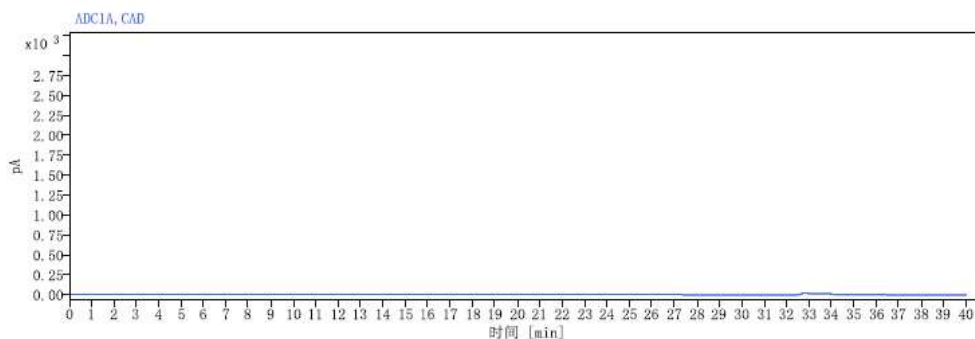
2.3 实验结果:

备注: 每个样品配有色谱图局部放大图

单次进样报告



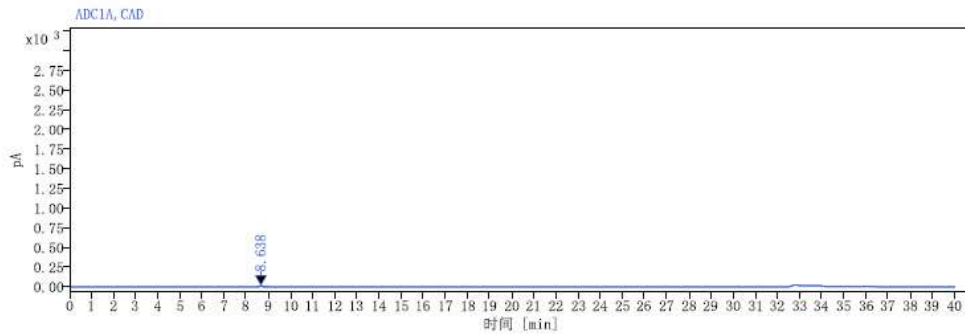
数据文件:	稀释剂-001. dx	项目名称:	熊脱氧胆酸
序列名称:	20240725 174938-熊去氧胆酸-thermo柱	操作者:	SYSTEM (SYSTEM)
样品名称:	稀释剂	进样日期:	2024-07-25 18:50:42+08:00
仪器:	HPLC-CAD	位置:	1
进样体积:	10.000 µL	类型:	样品
采集方法:	熊去氧胆酸-2. amx	样品含量:	0.00
处理方法:	熊去氧胆酸. pmx		
手动修改:	无		



单次进样报告

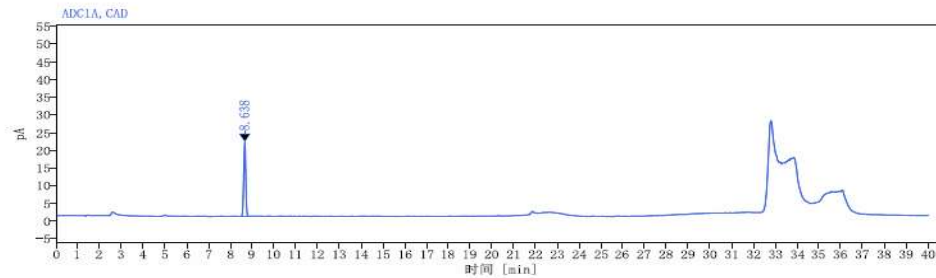


数据文件:	UDA21样稀释100倍-002. dx	项目名称:	熊脱氧胆酸
序列名称:	20240725 174938-熊去氧胆酸-thermo柱	操作者:	SYSTEM (SYSTEM)
样品名称:	UDA21样稀释100倍	进样日期:	2024-07-25 19:31:36+08:00
仪器:	HPLC-CAD	位置:	2
进样体积:	10.000 µL	类型:	样品
采集方法:	熊去氧胆酸-2. amx	样品含量:	0.00
处理方法:	熊去氧胆酸. pmx		
手动修改:	无		



信号: ADC1A, CAD

保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%	名称
8.638	BB	0.46	130.32	21.04	100.00	熊去氧胆酸



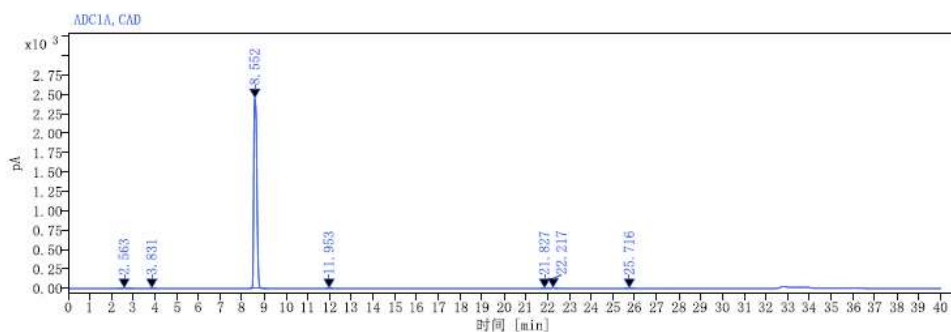
信号: ADC1A, CAD

保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%	名称
8.638	BB	0.46	130.32	21.04	100.00	熊去氧胆酸
		总和	130.32			

单次进样报告

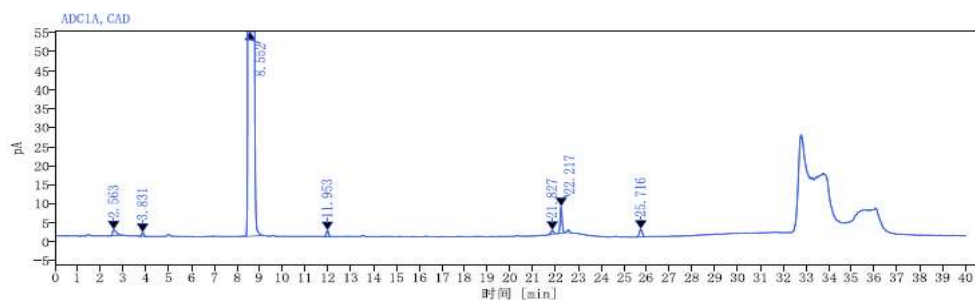


数据文件: UDA21样-003. dx
序列名称: 20240725 174938-熊去氧胆酸-thermo柱
项目名称: 熊脱氧胆酸
样品名称: UDA21样
仪器: HPLC-CAD
操作者: SYSTEM (SYSTEM)
进样体积: 10.000 µL
进样日期: 2024-07-25 20:12:30+08:00
采集方法: 熊去氧胆酸-2. amx
位置: 3
处理方法: 熊去氧胆酸. pmx
类型: 样品
手动修改: 无
样品含量: 0.00



信号: ADC1A, CAD

保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%	名称
2.563	BB	0.64	18.50	1.50	0.08	
3.831	BB	0.33	6.40	1.03	0.03	
8.552	BB	0.75	23563.08	2459.06	99.56	熊去氧胆酸
11.953	BB	0.32	10.81	1.62	0.05	
21.827	BB	0.35	8.33	1.03	0.04	
22.217	BB	0.33	41.87	7.00	0.18	
25.716	BV	0.41	17.68	2.02	0.07	
总和			23666.67			



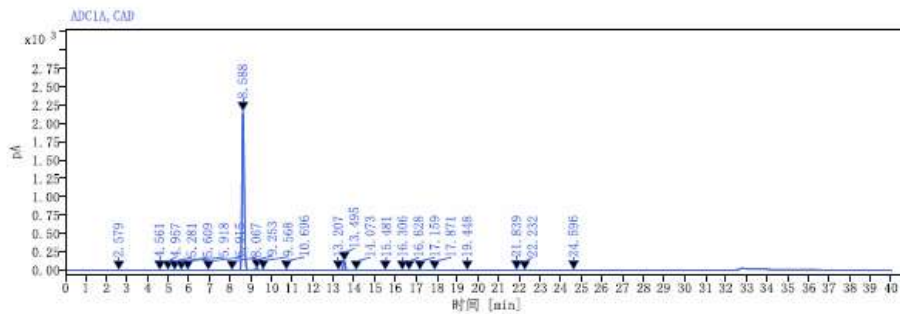
信号: ADC1A, CAD

保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%	名称
2.563	BB	0.64	18.50	1.50	0.08	
3.831	BB	0.33	6.40	1.03	0.03	
8.552	BB	0.75	23563.08	2459.06	99.56	熊去氧胆酸
11.953	BB	0.32	10.81	1.62	0.05	
21.827	BB	0.35	8.33	1.03	0.04	
22.217	BB	0.33	41.87	7.00	0.18	
25.716	BV	0.41	17.68	2.02	0.07	
总和			23666.67			

单次进样报告



数据文件: UDP2451样-006.dx
序列名称: 20240725 174938-熊去氧胆酸-thermo柱
项目名称: 熊脱氧胆酸
样品名称: UDP2451样
操作者: SYSTEM (SYSTEM)
仪器: HPLC-CAD
进样日期: 2024-07-25 22:15:23+08:00
进样体积: 10.000 µL
位置: 6
采集方法: 熊去氧胆酸-2, amx
类型: 样品
处理方法: 熊去氧胆酸, pmx
样品含量: 0.00
手动修改: 无



信号:	ADC1A, CAD					
保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%	名称
2.579	BB	0.60	18.03	1.40	0.11	熊去氧胆酸
4.561	BB	0.25	10.59	1.84	0.06	
4.957	BV	0.33	14.12	1.47	0.08	
5.281	VV	0.33	20.57	2.93	0.12	
5.609	VV	0.26	7.89	1.19	0.05	
5.918	VB	0.33	30.73	4.74	0.18	
6.915	BV	0.35	18.10	2.10	0.11	
8.067	BV	0.34	12.77	1.54	0.08	
8.588	BV	0.69	15473.16	2174.03	91.37	
9.253	VV	0.40	180.71	23.14	1.07	
9.568	VB	0.32	69.33	10.67	0.41	
10.696	VB	0.42	54.65	7.12	0.32	
13.207	VV	0.21	14.52	2.16	0.09	
13.495	VB	0.41	798.19	122.79	4.71	
14.073	VB	0.30	13.69	1.72	0.08	
15.481	BB	0.66	24.50	2.86	0.14	
16.306	VV	0.38	10.89	1.39	0.06	
16.628	VB	0.43	13.81	1.50	0.08	
17.159	BB	0.49	24.35	3.39	0.14	

C:\CDSPProjects\熊去氧胆酸\Report
Template\报告放大.rdl [版本 2.0]

已打印: 2024-07-26 10:04:02+08:00

第 6 页, 共 7 页

单次进样报告

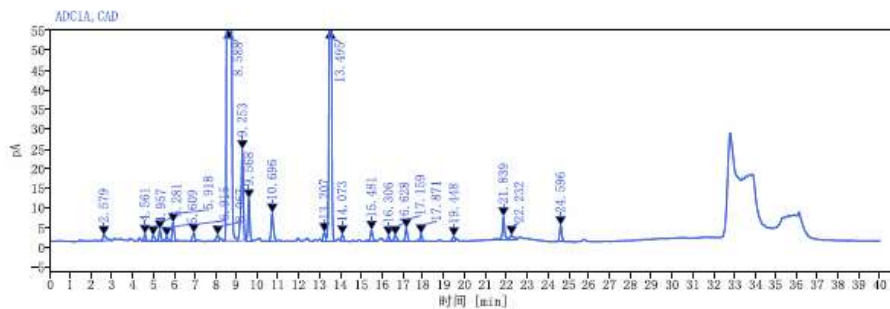


保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%	名称
17.871	VV	0.30	13.65	1.87	0.08	
19.448	BV	0.38	9.96	1.18	0.06	
21.839	BV	0.86	48.65	5.91	0.29	
22.232	VV	0.46	18.66	1.21	0.11	
24.596	BB	0.67	32.83	4.18	0.19	
总和			16934.35			

单次进样报告



数据文件: UDP2451样-006.dx
序列名称: 20240725 174938-熊去氧胆酸-thermo柱
项目名称: 熊脱氧胆酸
样品名称: UDP2451样
操作者: SYSTEM (SYSTEM)
仪器: HPLC-CAD
进样日期: 2024-07-25 22:15:23+08:00
进样体积: 10.000 µL
位置: 6
采集方法: 熊去氧胆酸-2.amx
类型: 样品
处理方法: 熊去氧胆酸.pmx
样品含量: 0.00
手动修改: 无



信号:	ADC1A, CAD					
保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%	名称
2.579	BB	0.60	18.03	1.40	0.11	熊去氧胆酸
4.561	BB	0.25	10.59	1.84	0.06	
4.957	BV	0.33	14.12	1.47	0.08	
5.281	VV	0.33	20.57	2.93	0.12	
5.609	VV	0.26	7.89	1.19	0.05	
5.918	VB	0.33	30.73	4.74	0.18	
6.915	BV	0.35	18.10	2.10	0.11	
8.067	BV	0.34	12.77	1.54	0.08	
8.588	BV	0.69	15473.16	2174.03	91.37	
9.253	VV	0.40	180.71	23.14	1.07	
9.568	VB	0.32	69.33	10.67	0.41	
10.696	VB	0.42	54.65	7.12	0.32	
13.207	VV	0.21	14.52	2.16	0.09	
13.495	VB	0.41	798.19	122.79	4.71	
14.073	VB	0.30	13.69	1.72	0.08	
15.481	BB	0.66	24.50	2.86	0.14	
16.306	VV	0.38	10.89	1.39	0.06	
16.628	VB	0.43	13.81	1.50	0.08	
17.159	BB	0.49	24.35	3.39	0.14	

C:\GISProjects\熊胆数据\Report
Templates\局部放大.rdl [版本 3.0]

已打印: 2024-07-26 10:05:49+08:00

第 6 页, 共 7 页

单次进样报告



保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%	名称
17.871	VV	0.30	13.65	1.87	0.08	
19.448	BV	0.38	9.96	1.18	0.06	
21.839	BV	0.86	48.65	5.91	0.29	
22.232	VV	0.46	18.66	1.21	0.11	
24.596	BB	0.67	32.83	4.18	0.19	
总和			16934.35			

3、实验结论：

CAD 对熊去氧胆酸检测响应良好；其中杂质能够较好检出；

CAD 检测器能为熊去氧胆酸工艺优化、质量控制等提供检测数据支持。HPLC-CAD 法操作简单，专属性强，灵敏度高，可以作为熊去氧胆酸的质量控制和评价方法。

