

英迈 CAD-哌啶-检测报告



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：纯水（屈臣氏蒸馏水），乙腈（色谱纯），三氟乙酸（分析纯）

样品：标准品及样品（用户老师提供）

2、方法与结果：

2.1 色谱条件：

色谱柱：phenomenex Kinetex® XB-C18 5 μ m 4.6*250mm

柱温：35°C 流速：1.0mL/min

进样量：10 μ L

流动相 A：0.1%TFA 水溶液

流动相 B：0.1%TFA 乙腈溶液

梯度条件：

时间（分钟）	A (%)	B (%)
0.0	97	3
5.0	97	3
10.0	5	95
13.0	5	95
13.1	97	3
20.0	97	3

CAD 条件：

仪器型号：英迈仪器 CADetector a1

漂移管温度：50°C

雾化气流：3L/min

电晕电流：1 μ A

电晕气流：1L/min

增益：0.2

RF：2.0

2.2 样品信息:

空白溶剂 1 支 (blank), STD 样品: 15 μ g/mL 标样 1 支, 样品 1 支 (Sample)
 对应 STD 样品的 10%, 20%, 30%, 50%, 80%, 120%, 150%及 200%浓度水平样品, 即 1.5 μ g/mL, 3.0 μ g/mL, 4.5 μ g/mL, 7.5 μ g/mL, 12.0 μ g/mL, 18.0 μ g/mL, 22.5 μ g/mL, 30.0 μ g/mL 标样, 各 1 支

2.3 实验结果:

2.3.1 专属性

空白溶剂不干扰目标峰测定, 专属性良好。

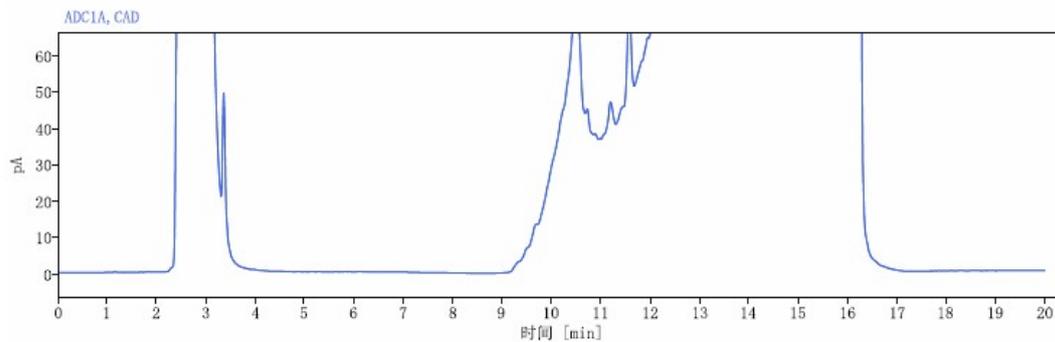
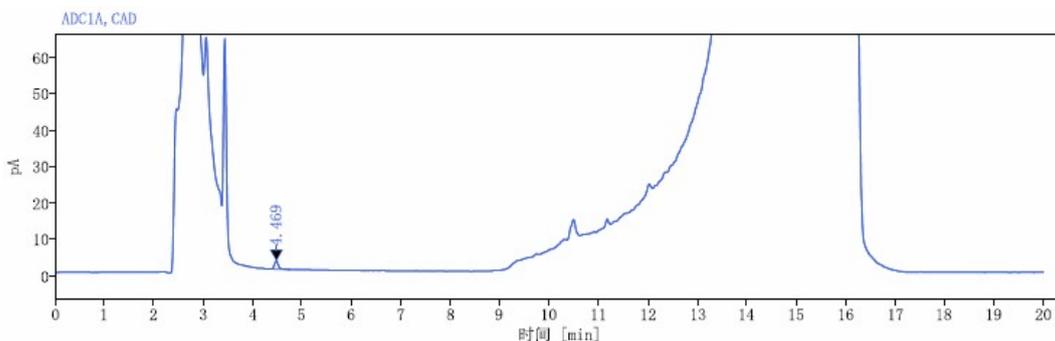


图1 空白溶剂 (稀释剂)

2.3.2 灵敏度

10%浓度水平样品 (Sensitivity 样), 使用安捷伦 CDS, P2P 方法计算信噪比, 信噪比为 43.51, 满足检测灵敏度需求, 表明 CAD 检测器对低浓度样品响应良好。



信号: ADC1A, CAD

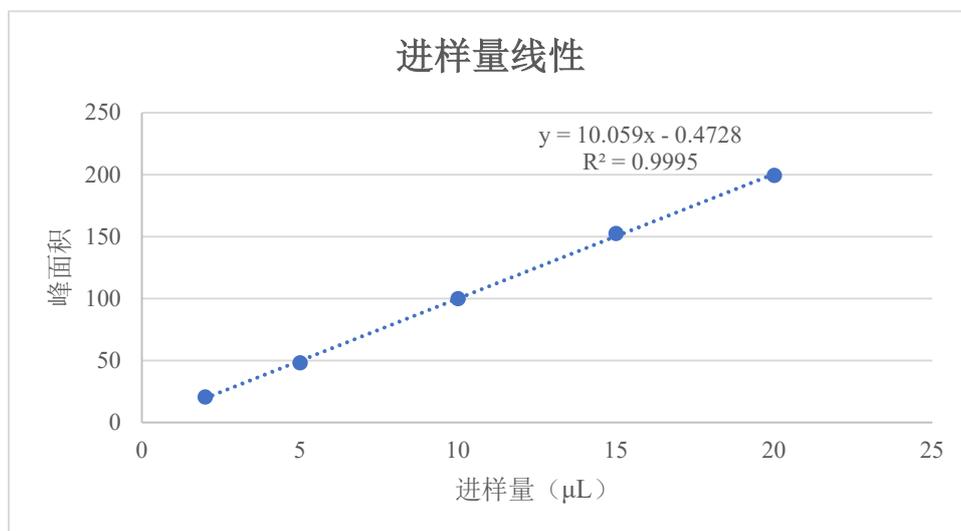
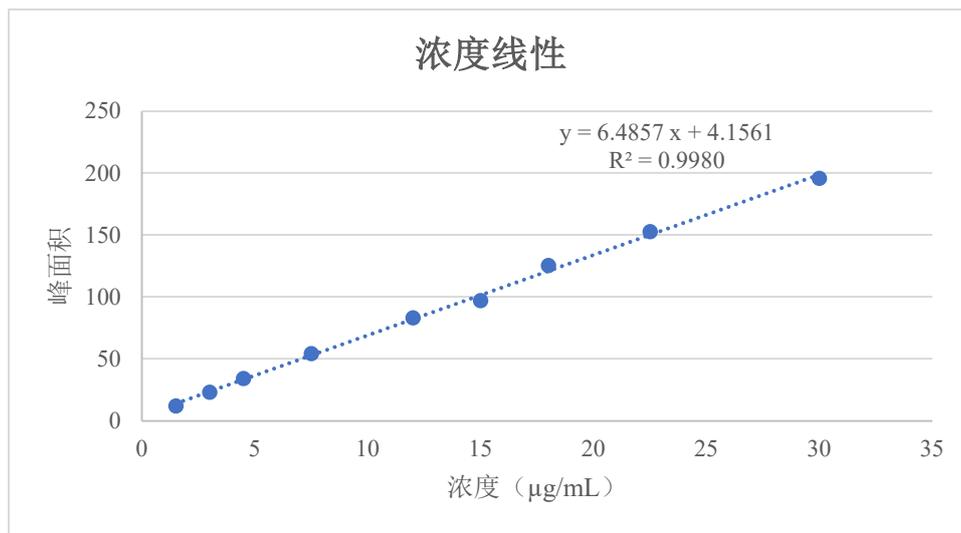
名称	保留时间 [min]	类型	峰宽 [min]	峰面积	峰高	峰面积%	峰 信噪比
Piperidine	4.469	BB	0.37	11.840	2.25	100.00	43.51
总和				11.84			

图2 10%浓度水平标样-信噪比图

2.3.3 线性

9 个浓度水平标样分别进样 1 针（浓度线性）；STD 标样进不同进样量（进样量线性），使用浓度与峰面积作线性方程。结果显示：浓度线性相关系数 R^2 为 0.9980，进样量线性相关系数 R^2 为 0.9995，表明方法线性良好。

浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	面积	进样量 (μL)	面积
1.5	11.840	2.0	20.498
3.0	23.015	5.0	48.113
4.5	34.064	10.0	100.077
7.5	54.193	15.0	152.548
12.0	83.030	20.0	199.466
15.0	97.061		
18.0	125.223		
22.5	152.703		
30.0	195.646		



2.3.4 重复性

STD 标样连续进样 6 针，计算保留时间、峰面积及峰高 RSD%。

结果表明：保留时间 RSD%为 0.184%，峰面积及峰高 RSD%分别为 1.38%和 1.65%，均小于 2.0%，表明方法重复性良好。

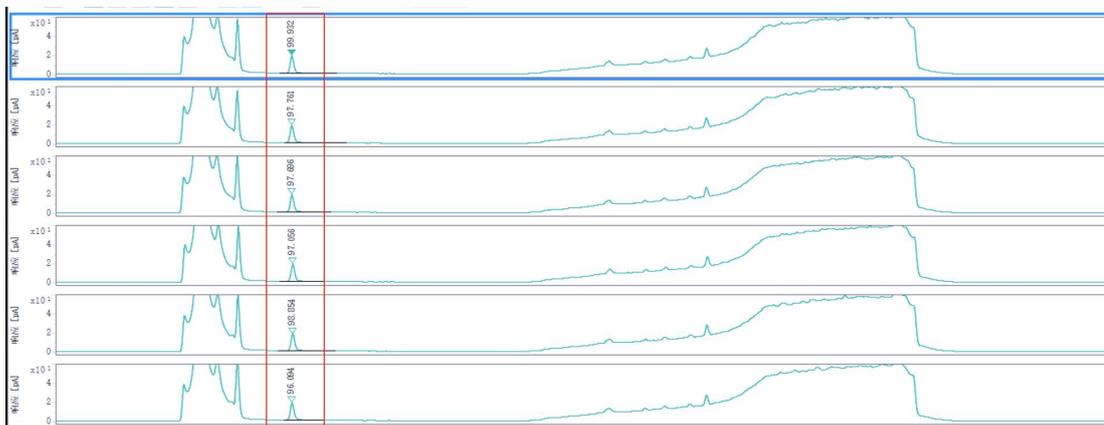


图 3 STD 标样图-重复性图

进样序号	保留时间	峰面积	峰高
1	4.470	99.932	17.66
2	4.470	97.761	17.39
3	4.472	97.696	17.33
4	4.487	97.056	16.94
5	4.487	98.854	16.91
6	4.473	96.094	17.21
RSD%	0.184	1.38	1.65

2.3.5 样品测试

Sample 样进样 10 μ L，目标峰哌啶检出良好，峰面积为 23.542，使用浓度线性标准曲线计算其含量，为 2.9890 μ g/mL。样中其他峰响应较高，见如下谱图：

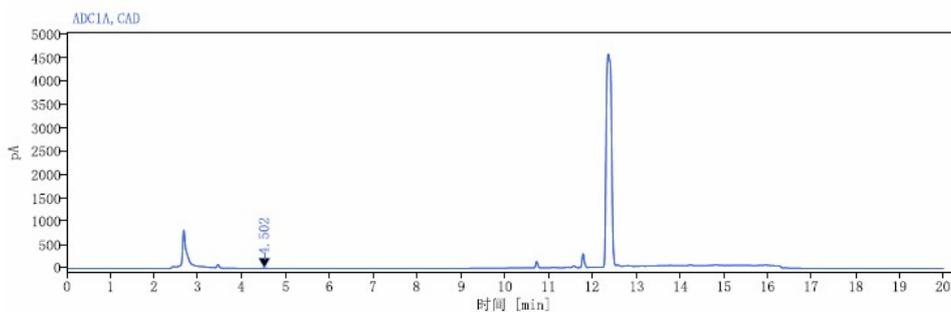


图 4 sample 样图-满量程

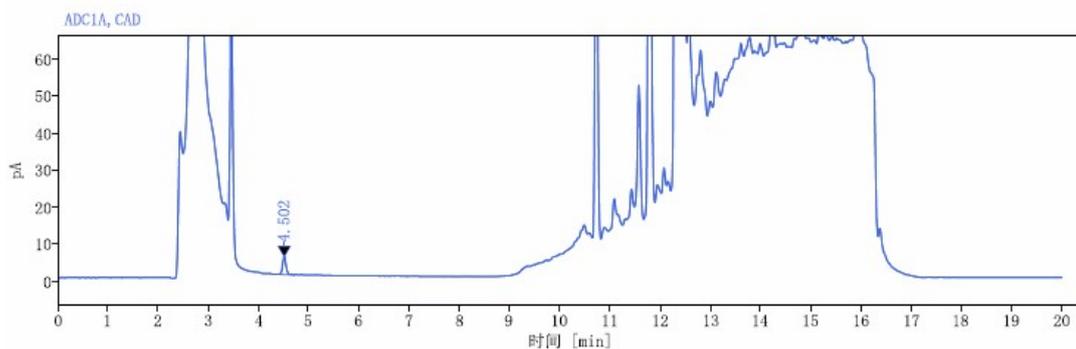


图4 sample 样图-放大图

3、实验讨论：

- 1、参考方法中，使用沃特世 T3 色谱柱，由于条件限制，本测试筛选使用其他 C18 色谱柱，最终筛选使用 phenomenex Kinetex XB-C18 基本满足实验要求，但目标峰处基线略不平。
- 2、本实验从专属性、灵敏度、线性、重复性等几个方面考察 CAD 对样品的适用性，结果表明，CAD 灵敏度、线性、重复性等结果良好，满足实验需求。

