

超高效液相色谱-串联四级杆质谱测定肝素中硝基呋喃代谢物残留

范莹¹, 杨钊^{2*}, 朱韵洁²

1. 济南军区青岛第一疗养院; 山东 青岛 266071; 2. 青岛市药品检验所; 山东 青岛 266071

FAN Ying¹, YANG Zhao^{2*}, ZHU Yun-jie²

1 The Qingdao First Sanatorium of PLA, Qingdao 266071, China, 2 Qingdao Institute for Drug Control, Qingdao 266071, China

- [摘要](#)
- [参考文献](#)
- [相关文章](#)

Download: [PDF \(823KB\)](#) [HTML \(1KB\)](#) Export: [BibTeX](#) or [EndNote \(RIS\)](#) [Supporting Info](#)

摘要 目的 建立超高效液相色谱-串联四级杆质谱测定动物源性药物肝素中4种硝基呋喃代谢物残留的方法。方法 样品在酸性条件下水解,经2-硝基苯甲醛(2-NBA) 37℃衍生化16 h,乙酸乙酯提取后,采用电喷雾电离,正离子扫描,多反应监测模式(MRM)检测,内标法定量测定。结果 硝基呋喃代谢物线性范围分别在0.1~10.0 μg·L⁻¹之间; *r*分别在0.994~0.996之间;检出浓度分别在0.08~0.226 μg·kg⁻¹之间;回收率分别在82.4%~109.7%之间。结论 该方法快速、准确、灵敏,可作为肝素中4种硝基呋喃代谢物的测定。

关键词: 肝素 硝基呋喃代谢物 残留量 超高效液相色谱-串联四级杆质谱

Abstract: Objective To establish a method for determination of four nitrofurantoin metabolites in animal-derived heparin by UPLC triple-quadrupole tandem mass spectrometer. METHODS Samples are hydrolyzed with hydrochloric acid, and derivatized at 37 °C for 16 h with 2-nitrobenzaldehyde. The target compounds are eluted with ethyl acetate. Identification is achieved by electrospray ionization in positive mode (ESI⁺) using multiple reaction monitoring (MRM). The quantification is performed with internal standards. RESULTS A linearity of nitrofurantoin antibiotics is obtained from 0.1 to 10.0 μg · L⁻¹. *r* are 0.994-0.996. The LODs are between 0.08-0.226 μg · kg⁻¹ and the average recoveries are 82.4%-109.7% respectively. CONCLUSION The method is rapid, precise, sensitive, and suitable for the determination of four nitrofurantoin metabolites in heparin.

Keywords: heparin, nitrofurantoin metabolite, residue, UPLC-MS/MS

收稿日期: 2012-12-01;

通讯作者 杨钊,男,博士,副主任药师,硕士生导师 研究方向: 药物分析 Tel: (0531) 85726847 E-mail:

yangzhao1103@yahoo.com.cn 超高效液相色谱-串联四级杆质谱测定肝素中硝基呋喃代谢物残留 范莹¹ Email:

yangzhao1103@yahoo.com.cn

作者简介: 范莹,女,博士,副主任药师 研究方向: 药物分析 通讯作者: 杨钊,男,博士,副主任药师,硕士生导师 研究方向: 药物分析

Tel: (0531) 85726847 E-mail: yangzhao1103@yahoo.com.cn

引用本文:

范莹, 杨钊*, 朱韵洁. 超高效液相色谱-串联四级杆质谱测定肝素中硝基呋喃代谢物残留[J]. 中国药学杂志. 2013, 48(5): 388-391

FAN Ying-, YANG Zhao-*, ZHU Yun-Jie-. Determination of Four Nitrofurantoin Metabolites in Heparin by UPLC-MS/MS[J] Chinese Pharmaceutical Journal, 2013, 48(5): 388-391

[1] ZHAO S C, LI Z M. Determination of the metabolites of nitrofurantoin antibiotics residues in animal tissues by UPLC-MS/MS. *Chin J Vet Drug* (中国兽药杂志), 2008, 42(7): 17-21.

[2] Zhang J L, GAO H P. Determination of residues of nitrofurans in roasted eel by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. *Chin J Health Lab Technol* (中国卫生检验杂志), 2008, 18(1): 19-21.

[3] DENG F, YAN Q H. Determination of oxalic Ion in heparin sodium by ion-chromatography. *Pharm Today* (今日药学), 2009, 19(7): 48-49.

[4] GUERRIN I M, BECCATID, SHRIVERZ, et al. Over sulfated chondroitin sulfate is a contaminant in heparin associated with adverse clinical events.

Service

- ▶ [把本文推荐给朋友](#)
- ▶ [加入我的书架](#)
- ▶ [加入引用管理器](#)
- ▶ [Email Alert](#)
- ▶ [RSS](#)

作者相关文章

- ▶ 范莹
- ▶ 杨钊*
- ▶ 朱韵洁

- [5] LI J J, LU Y H. Separation and determination of impurities in heparin sodium simultaneously by capillary electrophoresis. *Chin Pharm J*(中国药学杂志), 2010, 45(15): 1179-1182.
- [6] SUN H Y, CHEN J Y, WANG Y, *et al.* Determination of nitrofurantoin metabolite residues in food of animal origin by liquid chromatography-isotope dilution tandem mass spectrometry. *Chin J Anal Lab*(分析实验室), 2011, 30(7): 115-118.
- [7] LIU ZH C, YANG F, YU K J, *et al.* Study on nitrofurantoin metabolite residues and its comparative analysis of testing standards. *Chin J Anal Lab*(分析实验室), 2011, 30(11): 43-47.
- [1] 王文文, 徐向伟, 赵专友, 吴祖泽, 靳继德. 谷氨酸-脯氨酸-精氨酸-水蛭素抑制血栓形成的实验研究[J]. 中国药学杂志, 2013, 48(2): 111-115
- [2] 王兰, 高凯, 范文红, 毕华, 付志浩, 李永红, 饶春明. 中国仓鼠卵巢细胞DNA国家标准品的研制[J]. 中国药学杂志, 2013, 48(1): 68-68
- [3] 姬胜利; 桑青; 张天民. 肝素的来源控制、结构分析以及结构与生物活性关系的研究进展[J]. 中国药学杂志, 2012, 22(9): 660-663
- [4] 邓雅婷; 刘莉; 杨勇; 梅其炳. 多糖代谢动力学研究的进展[J]. 中国药学杂志, 2012, 47(8): 573-576
- [5] 王凤山, 谭海宁, 张天民. 2011年我国生化药物研究进展[J]. 中国药学杂志, 2012, 47(12): 929-934
- [6] 郭青 伍乃英 吴晓燕 . 顶空进样气相色谱法筛选并测定脉络宁注射液中有有机溶剂残留量[J]. 中国药学杂志, 2011, 46(4): 300-303
- [7] 文祯 姜涛 宋秀霞 卢桂阳 姚晓爱. 达肝素钠治疗糖尿病下肢动脉疾病Fontaine III期患者的临床研究[J]. 中国药学杂志, 2011, 46(24): 1952-1955
- [8] 王科 林昂 马铭铎 李晗 吕中超 罗俊永 崔慧斐. 复方肝素口服结肠靶向胶囊对溃疡性结肠炎大鼠的治疗作用[J]. 中国药学杂志, 2011, 46(22): 1723-1726
- [9] 宋更申 姜建国 张西如 周丽. 毛细管气相色谱法测定罗库溴铵中8种有机溶剂残留量[J]. 中国药学杂志, 2010, 45(7): 553-555
- [10] 章漳 段朝辉 丁侃 王峥涛. 长梗秦艽酮体外抗肿瘤活性及其作用机制探讨[J]. 中国药学杂志, 2010, 45(4): 259-263
- [11] 李京 邓利娟 李湛军 郝苏丽 范慧红. 第六次肝素国际标准品协作标定[J]. 中国药学杂志, 2010, 45(24): 1954-1958
- [12] 李晶晶 陆益红 谭力 张鹏. 高效毛细管电泳法同时分离检测肝素钠杂质[J]. 中国药学杂志, 2010, 45(15): 1179-1181
- [13] 李京; 范慧红. 高效体积排阻色谱与多角激光光散射仪联机测定低分子肝素分子量及分子量分布[J]. 中国药学杂志, 2009, 44(02): 140-142
- [14] 贺凌云; 丁劲松; 吴建平; 胡高云. 毛细管气相色谱法测定磺苄西林钠中有有机溶剂残留量[J]. 中国药学杂志, 2008, 43(21): 1654-1656
- [15] 陆小芬; 茅海琼. 毛细管柱气相色谱法测定马来酸氯苯那敏中残留溶剂[J]. 中国药学杂志, 2008, 43(20): 1599-1600