

SCIEX Triple Quad™ 系统定量分析碘帕醇中的杂质2-硝基乙醇

Quantification of 2-Nitroethanol in Iopamidol using the SCIEX Triple Quad™ System

冷向阳, 钟晨春, 龙志敏, 刘冰洁

Xiangyang Leng, Chenchun Zhong, Zhimin Long, Bingjie Liu

SCIEX应用支持中心, 中国

Keywords: SCIEX Triple Quad™ System; Iopamidol; 2-Nitroethanol; Quantitative analysis; MRM; Impurity

引言

碘帕醇, 别名碘必乐, 是一种非离子型水溶性造影剂, 属影像诊断用药, 由于其含碘量高, 可以让X射线衰减从而达到造影显像的目的, 适用于血管内注射用的X射线造影。临床上碘帕醇用于各种血管造影, 如脑动脉造影, 心血管造影包括冠状动脉、胸腹部动脉、周围动脉等, 以及尿路、关节、瘘道、脊髓、脑池及脑室、选择性内脏动脉造影等, 应用广泛。

杂质2-硝基乙醇分子量较小, 离子化效果偏差, 但同时对其灵敏度和限度又有较高检测需求, 这都给其建立相应的液质检测方法带来一定挑战, 本文经过详细优化, 最终建立了使用SCIEX Triple Quad™系统对碘帕醇中的杂质2-硝基乙醇的液质定量分析方法, 方法定量下限为0.2 ng/mL (限度0.04 ppm), 能够很好的满足其在碘帕醇中的定量需求。

本实验方法特点:

1. 使用三重四极杆质谱 (SCIEX Triple Quad™系统) 测定碘帕醇中2-硝基乙醇, 定量下限LLOQ为0.2 ng/mL (限度0.04 ppm), 灵敏度高, 同时能实现较宽的线性范围和良好的重现性。
2. 考察不同浓度加标回收率, 加标回收率结果在102.8%-108.72%之间, 方法准确可靠。

仪器设备

Exion LC™ AD 系统 + SCIEX Triple Quad™系统



实验方法

液相方法

色谱柱: HSS T3 1.8 μ m, 100 $\times$ 2.1 mm

流动相: A相: 水 (含0.2mM 氟化铵); B相: 甲醇

流速: 0.3 mL/min

柱温: 40°C;

流动相梯度:

Time(min)	A (%)	B (%)
0.00	98	2
1.50	98	2
4.50	10	90
5.50	10	90
5.60	10	2
7.00	90	2

质谱方法

离子源：ESI源，负离子模式

离子源参数：

电喷雾电压IS: -4500 V 气帘气 CUR: 35 psi

雾化气 GS1: 70 psi 辅助加热气GS2: 55 psi

碰撞气 CAD: 8 源温度 TEM: 500℃

表1. 2-硝基乙醇的质谱参数

化合物名称	Q1 Mass	Q3 Mass	DP	CE	EP	CXP
2-Nitroethanol_1	89.9	45.9	-10	-14	-10	-5
2-Nitroethanol_2	89.9	71.9	-10	-10	-10	-10

实验结果

1.灵敏度 and 重复性:

2-硝基乙醇的定量下限为0.2 ng/mL，典型色谱图见图1；定量下限样品连续重复进样6针，RSD%<5.5%，重复性良好；该色谱条件下，2-硝基乙醇与碘帕醇分离度良好，不存在相互干扰，见图2。

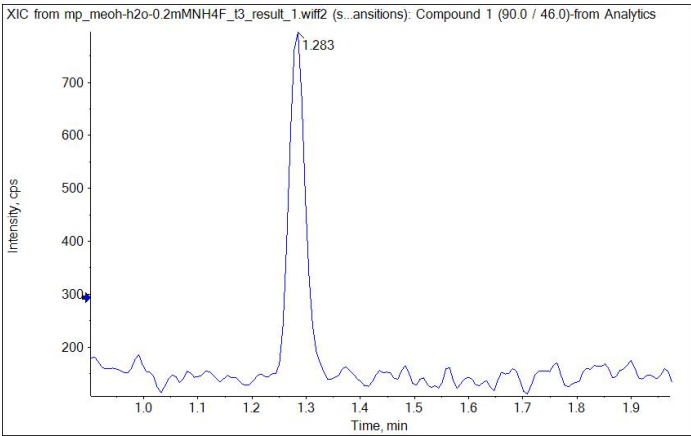


图1. 2-硝基乙醇定量下限色谱图

2.线性范围:

取2-硝基乙醇工作溶液用水稀释，分别配制0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100和200 ng/mL溶液分别进样分析。以峰面积对浓度做标准曲线，在线性范围内线性关系良好，相关系数r大于0.999，标曲

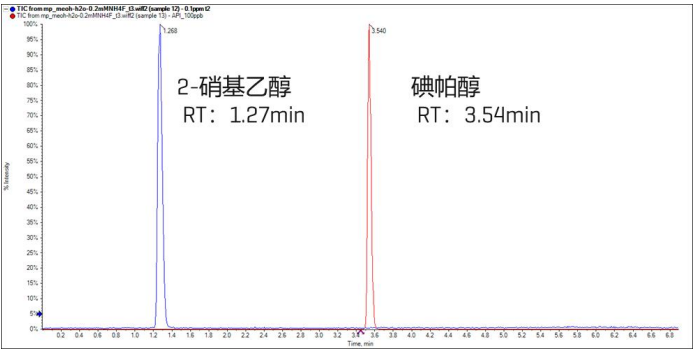


图2. 2-硝基乙醇与碘帕醇分离色谱图

各点准确度在 91.46%-104.33%之间。图3为2-硝基乙醇标准曲线和相关系数。

3. 加标回收率结果:

分别取10 mg/mL碘帕醇水溶液500 μL，加入400 μL 水，分别加入2, 5, 10 ng/mL 2-硝基乙醇溶液100 μL，配置成终浓度为0.2, 0.5, 1 ng/mL的加标样品（供试品终浓度5 mg/mL）。0.2 ng/mL, 0.5 ng/mL和1 ng/mL样品的加标回收率在99.10%-107.46%之间，满足需求。结果见表2。

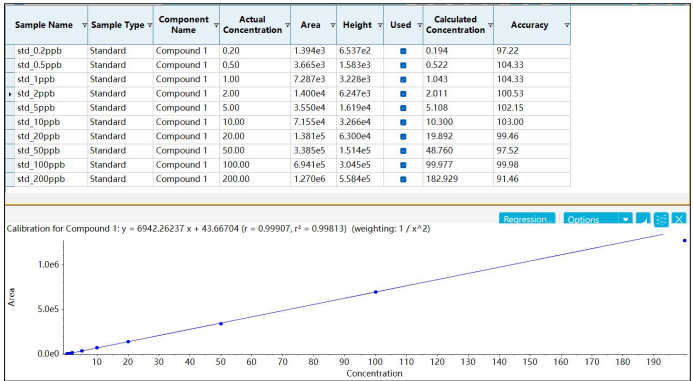


图3. 2-硝基乙醇标准曲线图

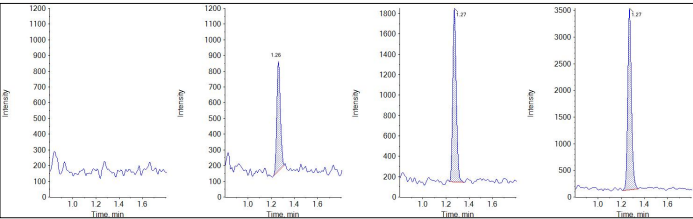


图4. 2-硝基乙醇不同加标浓度色谱图（从左到右依次，碘帕醇5 mg/mL，0.2 ng/mL加标，0.5 ng/mL加标和1 ng/mL加标）

表2. 2-硝基乙醇不同浓度加标回收率结果

加标浓度 (ng/mL)	对应标准品 峰面积	加标样品 峰面加	加标 回收率
0.2 ng/mL	1394	1498	107.46%
0.5 ng/mL	3665	3632	99.10%
1 ng/mL	7287	7601	104.31%

总结

本文使用SCIEX Triple Quad™系统建立了碘帕醇中2-硝基乙醇定量分析方法。该方法定量下限为0.2 ng/mL，在线性范围0.2-200 ng/mL内线性关系良好，同时考察在不同浓度下的加标回收率结果在99.10%-107.46%之间，方法准确可靠，能够很好的满足碘帕醇中2-硝基乙醇定量分析需求。

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2025 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-36583-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市昌平区生命科学园科学园路
18号院A座一层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7201
传真：021-2419-7333
官网：sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话：020-8842-4017
官方微信：[SCIEX-China](#)