

SCIEX Triple Quad™ 4500系统快速鉴别胶类药物真伪

SCIEX Triple Quad™ 4500 System Quickly Identify the Authenticity of Colloid Drugs

谢亚平，司丹丹，龙志敏，郭立海

Xie Yaping, Si Dandan, Long Zhimin, Guo Lihai

SCIEX中国应用技术中心

Key Words: SCIEX Triple Quad™ 4500 system、Colloid drugs、Authenticity identification

胶类药物，是由动物的皮、甲、角等为原料，加工熬制成的明胶类药物，主要有阿胶、龟甲胶、鹿角胶。因其独特的疗效和保健作用一直倍受国人的喜爱，但由于利益驱动，近年来有关胶类药物的造假现象层出不穷。例如市场上出现的假阿胶现象，假阿胶的加工过程没有卫生标准可言，不法商贩为了谋求暴利，牛皮骡马皮什么“料”都敢熬，甚至还会添加明胶增稠。劣质阿胶服用后无法吸收，还会导致肠梗阻等危害人体健康，使得阿胶由“补品”变成“毒品”。

《中华人民共和国药典》明确规定阿胶为马科动物驴的干燥皮或鲜皮经煎煮、浓缩制成的固体胶。然而，关于真假阿胶的鉴别存在许多难点问题，仅仅依靠经验鉴定和传统方法已不能全面准确地进行阿胶的真假鉴别。目前，阿胶行业内已经采用先进的皮源性检测技术，该技术基于先进的液质联用技术，具有灵敏度高、准确性好、特异性强的特点，从分子基础上进行阿胶真伪的科学鉴别，保证了阿胶的真实性和道地性。

试验方法

1. 样品的配制

分别称取阿胶、龟甲胶、鹿角胶样品0.1 g，按照《中国药典》2015版中鉴别项下的方法、国家食品药品监督管理局批准颁布的胶类药物补充检验方法以及山东阿胶行业协会团体标准中的样品处理方法，进行提取和酶切，制备对照药材溶液和实际样品溶液。

2. 液相条件

液相：Exion LC 30AD™系统

色谱柱：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂，内径2.1 mm

流动相：A相：水（0.1%甲酸） B相：乙腈

流速：0.3 ml/min

柱温：40℃

进样量：5 µL

梯度洗脱，洗脱程序如表1：

表1. 液相梯度条件。

时间 (min)	A%	B%
0	95	5
25	80	20
40	50	50
40.1	5	95
45	5	95
45.1	95	5
50	95	5

3. 质谱条件

SCIEX Triple Quad™ 4500

ESI正模式检测

IS电压: 5500V

气帘气CUR: 30 psi

雾化气GS1: 50 psi

辅助加热气: 50 psi

碰撞气CAD: 9

源温度TEM: 500℃

质谱参数如表2：

表2. 质谱参数。

胶类来源	Q1	Q3	DP	CE	EP	CXP
驴皮源	539.8	612.4	50	26	10	6
	539.8	923	50	29	10	6
驴源多肽A1	469.25	712.3	85	27	10	15
	469.25	783.4	85	27	10	19
驴源多肽A2	618.35	779.4	100	34	10	15
	618.35	850.4	100	34	10	18
鹿角胶	765.4	554	58	32	10	6
	765.4	733	58	27	10	6
龟甲胶	631.3	546.4	70	27	10	6
	631.3	921.4	70	41	10	6
牛皮源	641.3	726.2	55	32	10	6
	641.3	783.3	55	35	10	6
马皮源	386.4	377.2	40	15	10	6
	386.4	322.3	40	15	10	6
猪皮源	774.5	977.8	60	28	10	6
	774.5	1034.6	60	25	10	6

实验结果与讨论

针对目前胶类药物的行业现状和发展前景，SCIEX公司采用SCIEX Triple Quad™ 4500系统开发出多种胶类药物的LC-MS/MS检测方法，既涵盖阿胶、龟甲胶、鹿角胶以及这三种胶类药物中其他动物源性非法添加的检测，实现一针进样同时检测所有胶类药物（16个MRM离子对），又可满足定性和定量的双重标准，灵敏度可充分满足药典及相关团体标准。

通过对各对照药材和实际样品进行分析，结果表明：阿胶、龟甲胶、鹿角胶各化合物检测离子对MRM色谱峰的信噪比远远大于2015版药典规定的信噪比大于3:1；对照药材中牛皮源特征肽、猪皮源特征肽、马皮源特征肽的信噪比均远远大于10:1，远远满足药典和相关团体标准的要求（10:1）。其中药典规定的驴源多肽A1、A2最低定量限为50ng/ml，该检测浓度下A1、A2的信噪比分别为 $S/N \geq 151$ 和 $S/N \geq 273$ ，根据此信噪比推测驴源多肽A1、A2的定量下限最低可做到1-2ng/ml，远远满足药典规定的定量要求。对照药材和实际样品的典型色谱图如图1~图3所示。

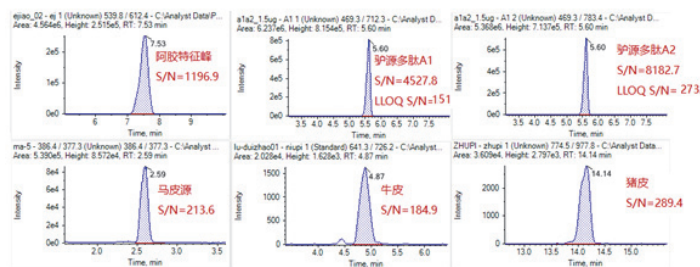


图1. 对照药材（阿胶及阿胶中非法添加）各特征肽典型色谱图（S/N大于10）。

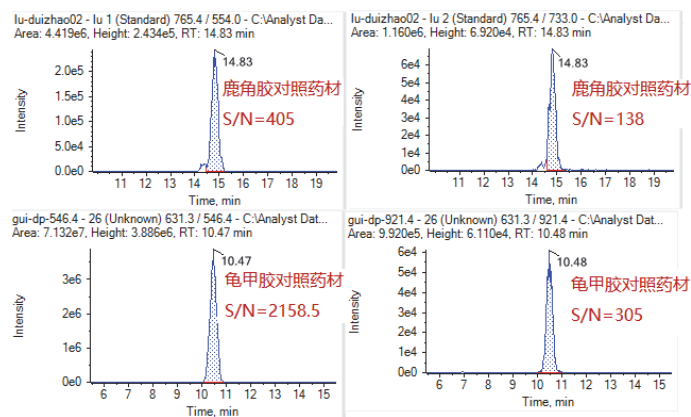


图2. 对照药材（龟甲胶、鹿角胶）各特征肽典型色谱图（S/N大于10）。

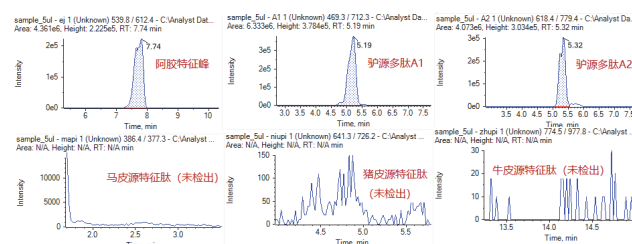


图3. 阿胶实际样品各特征肽典型色谱图。（非法添加动物源性特征肽均未检出，驴源多肽A1和A2的含量大于药典要求的0.17%）。

小结

本实验采用SCIEX Triple Quad™ 4500 系统实现一针进样同时进行所有胶类药物的定性鉴别试验和定量实验（共检测16个MRM离子对），采用本方法对对照药材和实际样品进行检测分析，大大提高了检测通量，节省了分析时间，且检测结果远远满足药典以及行业团体标准的要求，为胶类药物的真伪鉴别和质量控制提供了准确可靠的检测方法和试验依据。

参考文献

1. 《中国药典》2015年版第一部
2. 国家食品药品监督管理总局药品补充检验方法 <http://www.nicpbp.org.cn/CL0829/>
3. 国家药典委员会官方网站<http://www.chp.org.cn/view/ff8080816c69cb52016c7407bef91467?a=BZZY>
4. 山东阿胶行业协会团体标准TSDEJ 01-2019《阿胶》
5. 山东阿胶行业协会团体标准TSDEJ 02-2019《阿胶糕》

For Research Use Only. Not for use in Diagnostic Procedures.

Trademarks and/or registered trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte. Ltd., or their respective owners, in the United States and/or certain other countries.

RUO-MKT-02-10423-ZH-A

AB SCIEX™ is being used under license.

© 2019 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.



SCIEX中国公司

北京分公司
地址：北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话：010-5808 1388
传真：010-5808 1390

上海公司及中国区应用支持中心
地址：上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419 7200
传真：021-2419 7333

广州分公司
地址：广州市天河区珠江西路15号
珠江城1907室
电话：020-8510 0200
传真：020-3876 0835

全国免费垂询电话：800 820 3488，400 821 3897 网址： www.sciex.com.cn 微博：@SCIEX