

公示稿

阿 胶

Ejiao

ASINI CORII COLLA

【含量测定】特征多肽 照高效液相色谱-质谱法（通则 0512 和通则 0431）测定。

色谱、质谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（色谱柱内径 2.1mm）；以乙腈为流动相 A，以 0.1%甲酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱，流速为每分钟 0.3ml。

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0~25	5→20	95→80
25~40	20→50	80→50

采用三重四极杆质谱检测器，电喷雾离子化（ESI）正离子模式下多反应监测（MRM），监测离子对见下表：

测定成分	定量离子对 m/z	定性离子对 m/z
驴源多肽 A ₁	469.25（双电荷）→712.30	469.25（双电荷）→783.40
驴源多肽 A ₂	618.35（双电荷）→779.40	618.35（双电荷）→850.40

理论板数按驴源多肽 A₁ 峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取驴源多肽 A₁ 对照品、驴源多肽 A₂ 对照品适量，精密称定，加 1%碳酸氢铵溶液分别制成每 1ml 含 2.5μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末 0.1g，精密称定，置 50ml 量瓶中，加 1%碳酸氢铵溶液 40ml，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，加 1%碳酸氢铵溶液稀释至刻度，摇匀。精密量取 1ml 至 5ml 量瓶中，加胰蛋白酶溶液（取序列分析级胰蛋白酶，加 1%碳酸氢铵溶液制成每 1ml 中含 1mg 的溶液，临用前新制）1ml，加 1%碳酸氢铵溶液稀释至刻度，摇匀，37℃ 恒温酶解 12 小时，滤过，取续滤液，即得。

测定法 精密量取对照品溶液 1ml、2ml、5ml、10ml、20ml 和 25ml，分别

置 50ml 量瓶中，加 1%碳酸氢铵溶液稀释至刻度，制成标准曲线溶液。分别精密吸取不同浓度的标准曲线溶液与供试品溶液各 5 μ l，注入高效液相色谱-质谱联用仪，以对照品峰面积为纵坐标，对照品浓度为横坐标制备标准曲线。从标准曲线读出供试品溶液中相当于驴源多肽 A₁和驴源多肽 A₂的量，计算即得。

本品按干燥品计算，含特征多肽以驴源多肽 A₁（C₄₁H₆₈N₁₂O₁₃）和驴源多肽 A₂（C₅₁H₈₂N₁₈O₁₈）的总量计应不得少于 0.17%。

起草单位：中国食品药品检定研究院

复核单位：山东省食品药品检验研究院