

利用电感耦合等离子体发射光谱仪测定 单抗药物中消泡剂残留量

ICP-149

摘要： 本文利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了单抗药物中消泡剂的残留量，实验结果表明：硅元素的相关系数 $r > 0.9997$ ，检出限为 0.035 mg/L ，精密度好 ($RSD < 1.5\%$)，加标回收率为 92.7% ，该方法操作简便、快速，测试结果准确，适用于测定蛋白类样品中消泡剂的残留量。

关键词： 电感耦合等离子体发射光谱法 ICP-OES 消泡剂 硅含量

随着生物技术的不断革新，生物药行业也在快速发展，其中细胞培养技术作为生物药的一种生产方式也在不断迅速发展。在细胞培养过程中会产生大量的泡沫，进而对培养基中的细胞产生不利影响。为了消除泡沫带来的影响，生产时通常要把特定量的消泡剂加入其中来消除泡沫对培养液中的细胞所产生的不利影响。

消泡剂不仅对细胞的生理产生不利影响，也会影响人体健康，在消除泡沫的前提下应尽可能的减少消

泡剂的用量。在对最终成品进行纯化过程中，要尽量去除消泡剂。在优化产品纯化工艺工程中，为了保证产品质量，需要对纯化的过程样以及最终产品进行消泡剂残留量的测定，从而确定最优的纯化工艺。。

本文使用岛津电感耦合等离子体发射光谱法测定了细胞培养液硅元素的含量，该方法操作简单，定量准确，可以满足对蛋白类样品中消泡剂的残留量的测定。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品前处理

移取 2.5 mL 试样于 25 mL 容量瓶中，用超纯水定容至刻度线，摇匀，待测。同法制备样品空白溶液和样品加标溶液。

1.4 仪器参数

高频功率：1.20 kW

辅助气流速：1.2 L/min

炬管类型：标准炬管

雾化室：旋流

等离子体气流速：14.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

高频频率：27.12 MHz

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

用超纯水配制 Si 的标准溶液，标准溶液浓度见表 1。

表 1 Si 标准溶液浓度 (mg/L)

元素	观测方向	波长 /nm	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Si	轴向	251.611	0.0	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0

2.2 硅元素标准曲线如下

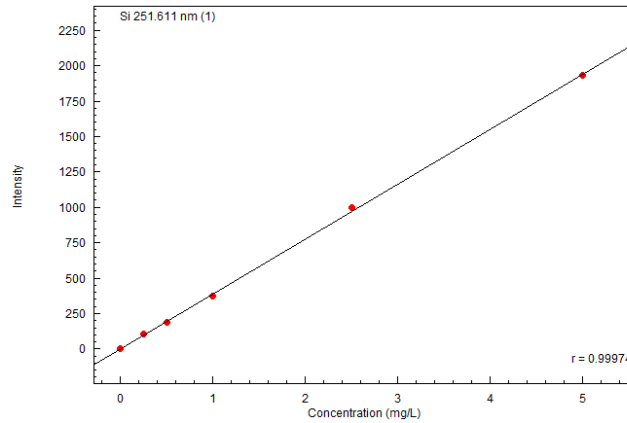


图 1 Si 元素的标准曲线 $r=0.99974$

2.3 Si 元素谱峰轮廓图

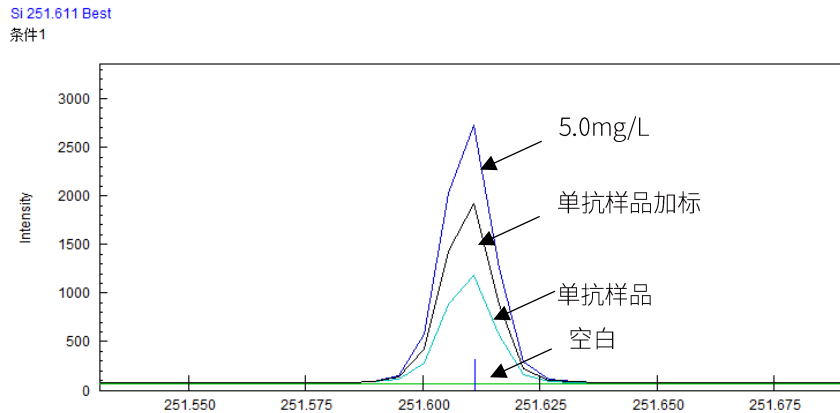


图 2 Si 元素谱峰轮廓图

2.4 样品分析结果及加标回收率

按照实验方法，对空白溶液重复测定 10 次，取 3 倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得硅元素在溶液中的检出限。为考察方法的准确性，对样品进行加标回收，实验结果见表 2。

表 2 单抗药物样品分析及加标回收率

元素	分析结果 (mg/L)	样品结果 (mg/L)	加标浓度 (mg/L)	加标后测定结果 (mg/L)	RSD(n=6) (%)	加标回收率 (%)	检出限 (mg/L)
Si	2.06	20.6	1.50	3.45	1.25	92.7	0.035

2.5 方法精密度实验

为了验证本方法的重复性，取 6 份同样的样品，分别向样品中加入硅元素的标准溶液（最终溶液硅元素加标量为 1.5mg/L），求出 6 份样品加标测定结果的 RSD 值，确定方法的精密度，其结果见表 3。

表 3 单抗药物样品加标样测定结果和精密度

元素	加标样测定结果 (mg/L)						RSD (%)
	1# 样品	2# 样品	3# 样品	4# 样品	5# 样品	6# 样品	
Si	3.49	3.50	3.46	3.43	3.40	3.39	1.25

■ 结论

本文利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了单抗药物中消泡剂的残留，建立了一种测定单抗药物中消泡剂残留量的方法。实验结果表明：该方法线性范围在 0.25-5.0 mg/L 时，硅元素的相关系数 $r > 0.9997$ ，仪器检出限为 0.035 mg/L，加标回收率为 92.7%，1.5 mg/L 的加标样品 6 次测定 RSD 值 $< 1.5\%$ ，该方法操作简便、快速，测试结果准确，可适用于测定蛋白类样品中消泡剂的残留量。

岛津应用云

