

重组人白细胞介素-2 中乙腈残留量的测定

常州磐诺仪器有限公司应用分析中心

1 仪器配置

磐诺 GC A91 气相色谱仪，配置 FID 检测器

自动顶空进样器（上海/HS-16A）

2 实验方法

2.1 色谱条件

进样口：220 ，分流比 10:1

色谱柱：DB-WAX 30m × 0.32mm × 0.50μm ，2.4ml/min(恒流模式)

炉膛：45

FID：250 ，H₂ 30ml/min ，Air 300ml/min ，Make-up 30ml/min

顶空进样器：平衡温度 75 ，定量管温度 100 ，传输管温度 100

平衡时间 30min

2.2 对照品溶液及供试品溶液制备

对照品溶液配制

精密称取乙腈 7.8mg 于 250ml 容量瓶中，蒸馏水定容，作为对照品溶液。

供试品溶液配制

精密称取供试品约 0.5g 于 5ml 容量瓶中，蒸馏水定容，作为供试品溶液。

2.3 乙腈含量测定

分别精密量取对照品溶液和供试品溶液各 2ml，置 20ml 顶空瓶中，密封，轧盖，置顶空进样器中，测定。

3 实验结果

3.1 重现性试验

精密量取 2.2 中所述对照品溶液 2.0ml，共 6 份，置 6 个顶空瓶中，按 2.1 ~ 2.3 中方法测定，结果峰面积的相对标准偏差(RSD)为 3.08%。

表 1 重组人白细胞介素-2 中乙腈残留量的测定重现性试验

编号	1	2	3	4	5	6	平均值
峰面积	32.82	34.95	32.72	32.77	34.82	33.64	33.62
RSD%	3.08						

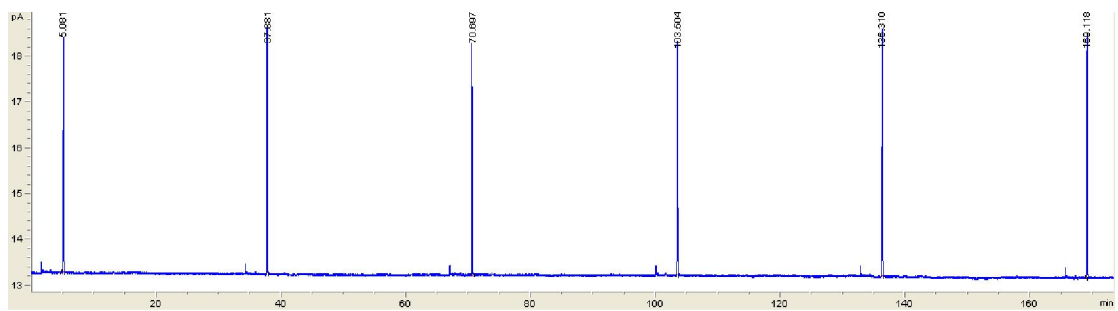


图 1 重组人白细胞介素-2 中乙腈残留量的测定重现性试验

3.2 线性关系考查

精密量取对照品溶液 2.0、1.0、0.5、0.2、0.1ml，各 2 份于 10 个顶空瓶中，再分别加入蒸馏水 0、1.0、1.5、1.8、1.9ml 后，密封，轧盖，置顶空进样器中，测定。以积分面积为纵坐标，2ml H₂O 中乙腈含量为横坐标，线性拟合，回归方程为 $Y = 0.5426X + 0.04702$ ，相关系数 $R^2 = 0.9998$ 。测试结果见表 2 和图 2。

表 2 重组人白细胞介素-2 中乙腈残留量的测定线性关系试验

编号	X 2ml H ₂ O 中乙腈含量/ μ g	Y 峰面积		
		Test-1	Test-2	平均值
1	62.4	34.25	33.6	33.93
2	31.2	16.73	17.32	17.03
3	15.6	8.29	8.16	8.23
4	6.24	3.5	3.88	3.69
5	3.12	1.71	1.68	1.70

回归方程： $Y = 0.5426X + 0.04702$ ，相关系数 $R^2 = 0.9998$

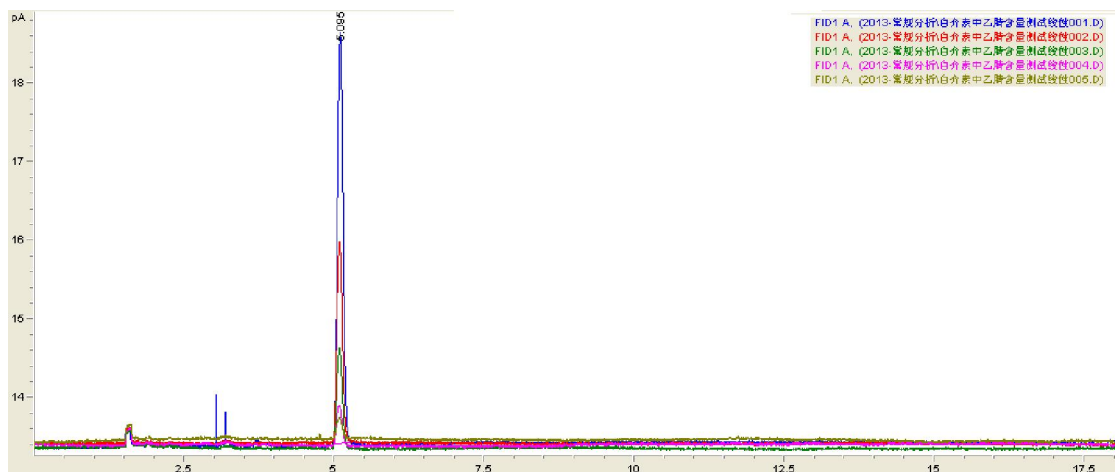


图 2 重组人白细胞介素-2 中乙腈残留量的测定线性关系试验

3.3 样品测定

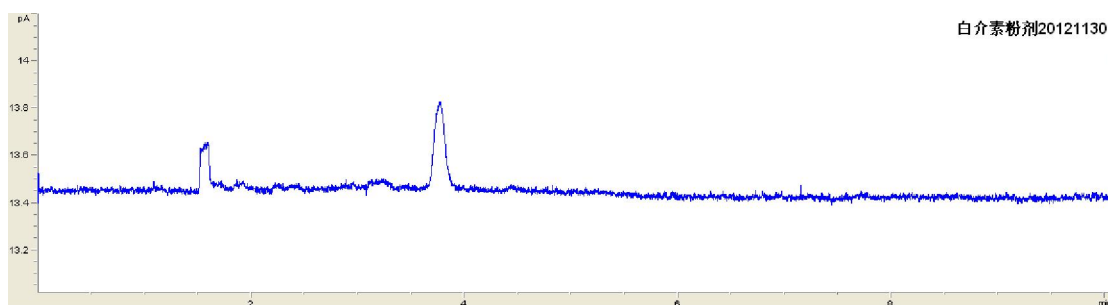
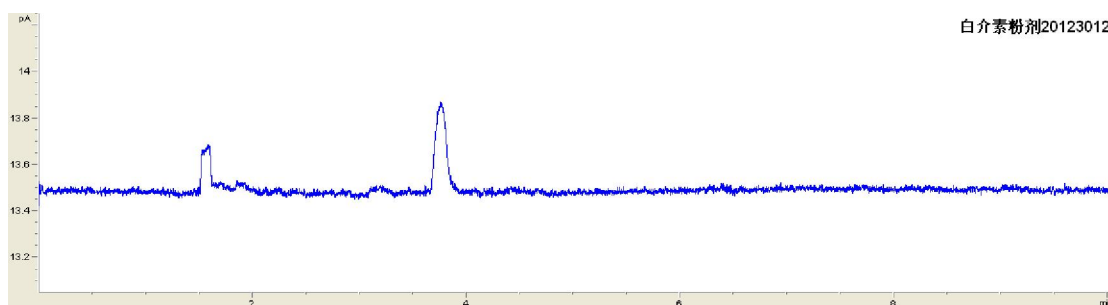
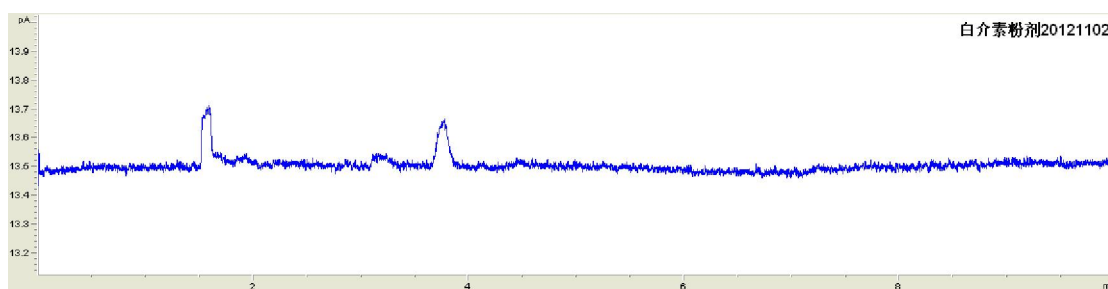
参考 2.2 中测试。结果见表 3。

表 3 五批重组人白细胞介素-2 中乙腈残留量的测定结果

供试品批号	称样量/mg	积分面积	测定结果
粉剂 20121102	34.2	未检出	<0.004%
粉剂 20123012	36.7	未检出	<0.004%
粉剂 20121130	31.9	未检出	<0.004%
液体 20130303**	904.8	1.88	0.00093%
液体 20130408**	524.0	1.55	0.0013%

备注：粉剂样品，称量后加入 2.0ml H₂O 分析；

液体样品，称量后加入 H₂O 定容至 5ml 后，取 2.0ml 分析。



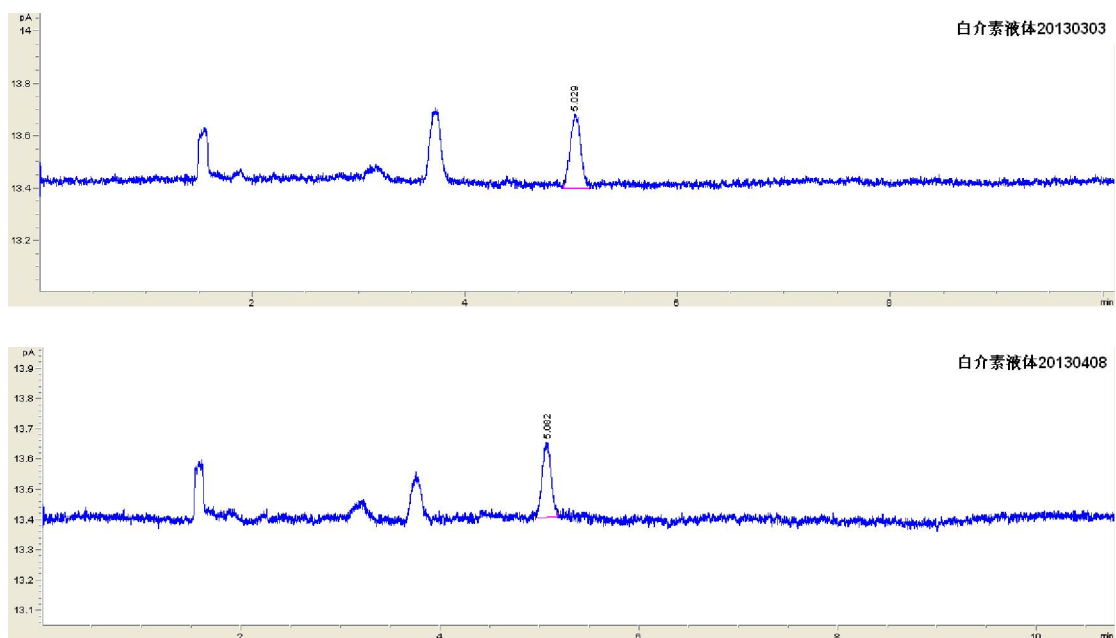


图 3 五批重组人白细胞介素-2 中乙腈残留量的测定色谱图