

ICPMS-2030 测定细胞培养液中多种金属元素含量

ICPMS-104

摘要：使用 2% 的 HNO_3 对细胞上清液进行稀释，使用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）测定了细胞培养液中 15 种金属元素的含量。实验结果表明：各元素线性关系及重复性良好，相关系数 $r > 0.9998$ ，加标回收率在 94 ~109% 之间，6 份样品加标重复性测试结果的相对标准偏差小于 3%。该方法操作简便、快速，样品前处理简单，可以满足细胞培养液中多元素含量的测定要求。

关键词：ICPMS-2030 细胞培养液 元素

细胞培养液既是培养细胞中供给细胞营养和促使细胞生殖增殖的基础物质，也是培养细胞生长和繁殖的生存环境。细胞培养液的主要成分是氨基酸、维生素、碳水化合物以及无机盐离子等。维生素是维持细胞生长的生物活性物质，在细胞代谢中起调节及控制作用；碳水化合物是细胞生长主要能量来源；无机盐中的钠、钾、镁、钙等无机离子则是帮助细胞维持渗透压平衡。

Na^+ 是细胞外液中最主要的阳离子，对维持渗透压的恒定有决定性的作用。培养液的渗透压是细胞培养过程中至关重要的因素，向培养液中加入其它任何物质都有可能明显改变培养液的渗透压，因此需要对细胞培养液中各种成分进行准确分析。

本文采用直接稀释法处理细胞培养液样品，使用岛津 ICPMS - 2030 测定了细胞培养液中多种元素含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS - 2030 电感耦合等离子体质谱仪

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；实验所用 HNO_3 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品前处理

准确称取 0.5 g 试样于 10 mL 容量瓶中，使用 2% 的 HNO_3 （V/V）定容至刻度线，摇匀待测。对于 K、Na 元素的测定，称取 0.1 g 试样于 50 mL 容量瓶中，用 2% 的 HNO_3 （V/V）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

ICP-MS 仪器分析条件：

高功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

炬管管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

等离子体气流速：8.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾化室温度：5°C

高频频率：27.12 MHz

碰撞气种类：He

池电压：-21 V

碰撞气流速：6.0 mL/min

能量过滤器电压：7.0 V

结果讨论

2.1 标准曲线溶液配制

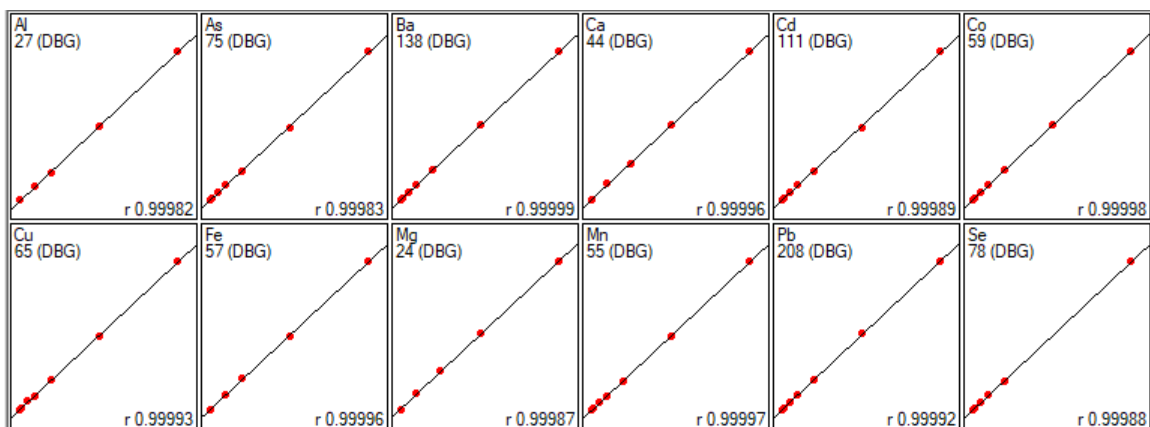
配制介质为 2% (V/V) HNO₃ 的混合系列标准溶液于 50 mL 容量瓶中，配制溶液浓度如表 1 所示。内标元素 ⁴⁵Sc、⁷²Ge 浓度为 500 μg/L，¹⁰³Rh、¹⁶⁵Ho 和 ²⁰⁹Bi 浓度均为 100 μg/L，采用内标组件在线添加。

表 1 元素标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度 (μg/L)						
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7
Na	23	0.00	500	1000	5000	10000	--	--
Mg	24	0.00	200	500	1000	2000	--	--
Al	27	0.00	10.0	20.0	50.0	100	--	--
K	39	0.00	500	1000	5000	10000	--	--
Ca	44	0.00	200	500	1000	2000	--	--
Mn	55	0.00	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0
Fe	57	0.00	10.0	20.0	50.0	100	-	--
Co	59	0.00	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0
Cu	65	0.00	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0
Zn	66	0.00	10.0	20.0	50.0	100	--	--
As	75	0.00	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0
Se	78	0.00	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0
Cd	111	0.00	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0
Ba	138	0.00	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0
Pb	208	0.00	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0

注：元素均采用氦气碰撞模式

2.2 部分元素标准曲线如下



2.3 样品分析结果及加标回收率

使用 ICPMS - 2030 测定了细胞培养液中钠、镁、钾、钙等 15 种元素的含量，同时对样品空白进行 11 次测定，计算各元素的方法检出限。按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，取 3 倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得各元素在溶液中的检出限，根据样品前处理方法求得各元素的方法检出限；同时进行加标回收试验，计算回收率，实验结果见表 2。测定细胞培养液样品中的元素含量，每个样品重复测定 3 次。

表 2 样品分析结果及加标回收率

元素	内标	分析结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品换算后结果 ($\mu\text{g/g}$)	RSD(n=3) (%)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标后测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 ($\mu\text{g/g}$)
Na	^{45}Sc	5640	2820	1.80	2000	7680	102	0.54	135
Mg	^{45}Sc	826	16.5	3.31	500	1310	98	0.46	0.18
Al	^{45}Sc	11.9	0.24	4.32	20.0	32.60	104	0.49	0.20
K	^{45}Sc	861	430	1.24	2000	2890	101	0.85	212
Ca	^{45}Sc	859	17.2	0.78	500	1390	106	8.05	3.22
Mn	^{72}Ge	0.48	0.01	4.00	2.00	2.66	109	0.01	0.004
Fe	^{72}Ge	49.4	0.99	2.18	20.0	69.1	98	0.16	0.06
Co	^{72}Ge	4.33	0.09	2.14	2.00	6.18	92	0.0004	0.0002
Cu	^{72}Ge	0.29	0.006	0.55	2.00	2.14	92	0.005	0.002
Zn	^{72}Ge	22.7	0.45	0.59	20.0	41.8	96	0.018	0.007
As	^{72}Ge	ND	ND	--	2.00	2.04	102	0.004	0.002
Se	^{72}Ge	ND	ND	--	2.00	2.00	100	0.034	0.01
Cd	^{103}Rh	0.38	0.008	3.59	2.00	2.36	99	0.001	0.0004
Ba	^{165}Ho	0.35	0.007	1.30	2.00	2.52	108	0.006	0.002
Pb	^{209}Bi	0.11	0.002	2.82	2.00	2.26	108	0.001	0.0004

备注：ND 未检出；

2.4 方法精密度试验

为了验证本方法的重复性，取 6 份同样的样品，分别向样品中加入含各元素的标准溶液（最终溶液中 Na、K 加标量为 $2000 \mu\text{g/L}$ ，Mg、Ca 加标量为 $500 \mu\text{g/L}$ ，Al、Fe、Zn 加标量为 $20 \mu\text{g/L}$ ，其它元素加标量均为 $2 \mu\text{g/L}$ ），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 样品加标样测定结果和精密度

元素	加标样（测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						RSD (%)
	1# 样品	2# 样品	3# 样品	4# 样品	5# 样品	6# 样品	
Na	7670	7460	7730	7560	7650	7590	1.25
Mg	1310	1300	1320	1280	1300	1290	1.18
Al	31.7	30.6	31.7	30.4	30.7	30.5	1.93
K	2910	2870	2940	2890	2920	2930	0.87
Ca	1390	1400	1400	1400	1400	1410	0.46
Mn	2.59	2.62	2.62	2.61	2.61	2.62	0.41
Fe	69.1	68.5	67.1	67.6	68.0	67.7	1.06
Co	6.28	6.20	6.02	6.05	6.06	5.97	1.94

Cu	2.14	2.12	2.06	2.01	2.04	2.05	2.33
Zn	42.3	41.3	40.9	40.9	41.6	41.1	1.29
As	2.04	2.01	2.03	2.05	2.05	2.05	0.81
Se	2.03	1.90	2.01	1.99	2.00	1.95	1.99
Cd	2.36	2.34	2.41	2.39	2.37	2.39	1.17
Ba	2.47	2.44	2.45	2.49	2.55	2.51	1.61
Pb	2.25	2.21	2.26	2.26	2.19	2.28	1.60

■ 结论

采用岛津公司电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS - 2030 直接测定细胞培养液中 15 种元素的含量，元素线性关系及重复性良好，定量准确，各元素的相关系数 $r > 0.9998$ ，加标回收率在 94~109% 之间，6 份样品加标重复性测试结果的相对标准偏差小于 3%。该方法操作简便、快速，样品前处理简单，可以满足细胞培养液中多元素含量的测定要求。