

纯水系统在分光光度计法检测毒胶囊中的重要作用

2012年4月15日，中央电视台《每周质量报告》曝光了13种药用铬超标胶囊药物，其成分含有不可食用的工业明胶。部分铬含量大幅超过国家标定的“不超过2mg/kg”标准上限。4月16日，因为将名为“白袋子明胶”实质为工业明胶销售到浙江药品胶囊生产企业，河北省衡水市阜城县“学洋明胶蛋白厂”被当地公安局查封。同日，国家食品药品监督管理局发出紧急通知，要求对13个药用空心胶囊产品暂停销售和使用。4月18日，浙江新昌县关于胶囊原料及半成品抽检结果昨日公布，96批次中33批样品重金属铬超标。

铬元素符号Cr，对人体造成损害的主要是六价铬，它可透过红细胞膜，进入红细胞后与血红蛋白结合。六价铬可通过消化道、呼吸道、皮肤和粘膜侵入人体，在体内主要积聚在肝、肾和内分泌腺中。通过呼吸道进入的则易积存在肺部。六价铬有强氧化作用，所以慢性中毒往往以局部损害开始逐渐发展到不可救药。

根据中华人民共和国标准GB 6783-1994《食品添加剂 明胶》要求，食用明胶中铬含量不得超过2.0 mg/kg，其中“5.11.1”要求“用二苯碳酰二肼(二苯胺基脲)比色法，可使微量铬在540nm波长处呈现明显的吸光度差别。”检测明胶中铬的含量。“5.11.4.2 样品预处理及测定”要求：准确称取明胶样品1.000g于坩埚中，缓慢升温，使之炭化，放冷。加浓硝酸数滴，慢慢加热，气体停止逸出时，移入马福炉中600℃下热至所有黑色颗粒消失(2h)，取出待冷却后加1mol/L硫酸10mL和纯水20mL使残渣溶解，在水浴上加热5min。滴加0.5%高锰酸钾煮沸，溶液紫红色消失时再滴加0.5%高锰酸钾溶液煮沸，如此反复直至紫红色不褪为止，放冷、加10%尿素溶液10mL，剧烈振摇下滴加10%亚硝酸钠溶液，直至过量的高锰酸钾，完全消除，溶液呈无色。如二氧化锰明显存在则过滤。把溶液移入50mL容量瓶中，加入0.5%焦磷酸钠溶液2mL，二苯碳酰二肼溶液0.5mL，摇匀，加纯水至刻度。放置30min。取上述溶液，在540nm波长处测定出吸光度值，即可在Ccr-D540标准工作曲线上查到明胶样品的铬含量。

分光光度计法适用于具有芳香环或共轭双键结构的有机化合物，根据在特定吸收波长处所测得的吸收度。该方法需要使用铬标准溶液制备标准曲线。如果使用的水中含有杂质离子的话，会让标准曲线整体平移，产生一定的误差。故GB/T 9721-2006《化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)》要求：校正仪器时配置溶剂的水应符合GB 6682中二级水的规定，检验样品使用的水，根据产品的标准要求选用GB 6682中二级水或三级水。

分光光度计法简便易行，其原理主要是选择特定波长的单色光的，根据光吸收定律检测待测物，因此，其误差很受单色器影响。并且，如果待测液或参比液中有颗粒存在，极易干扰光吸收，产生误差。因此部分标准如GB 5009.123-2003等中采用原子吸收石墨炉法检测铬含量。其原理为：将试样消解后，用纯水溶解。定容到一定体积。取适量试液于石墨炉原子化，在选定的仪器参数下，铬吸收波长为357.9 nm的共振线，其吸光度与铬含量成正比。

原子吸收石墨炉法与其它吸收光谱测定的不同之处是，其火焰炉被电子发热石墨管或棒替代，其能在元素分析中达到很高的灵敏度。它要求顶级超纯水系统，提供ppt级的杂质水平，18.2 MΩ·cm的电阻率和低TOC指标，内置监测仪提供纯度保证，最终的水质指标是由良好的预处理系统，加上连续循环流路和纯水的超纯化而实现。