

日常防护型口罩中甲醛和可分解致癌芳香胺染料测定的解决方案

前言

因为新冠肺炎疫情的影响，口罩成了我们这几个月以来的必需品。疫情期间不佩戴口罩出门，不仅是对自己的生命不负责，也是对别人的生命不负责。也因此，口罩成了紧俏的商品，医用口罩可以隔离病毒，但首先要保证一线人员的口罩供应；在医用口罩非常紧缺的情况下，大多数普通群众使用的是日常防护型口罩。

日常防护型口罩的检测标准为 GB/T 32610-2016《日常防护型口罩技术规范》，该标准适用于在日常生活中空气污染环境下滤除颗粒物所佩戴的防护型口罩，规定了基本要求、外观要求、内在质量、过滤效率、防护效果。内在质量指标主要有耐摩擦色牢度、甲醛含量、pH 值、可分解致癌芳香胺染料含量、环氧乙烷残留量、吸气阻力、呼气阻力、口罩带及与罩体链接处断裂强度、呼气阀盖牢度、微生物和口罩下方视野。



本文依据国家标准 GB/T 32610-2016《日常防护型口罩技术规范》，提供了日常防护型口罩中甲醛和可分解致癌芳香胺染料测定的解决方案。其中，日常防护型口罩中的甲醛含量可以通过紫外分光光度计和高效液相色谱法测定，可分解致癌芳香胺染料的含量可以通过高效液相色谱法进行分析测定。

1. 甲醛含量的测定

1.1 甲醛含量的测定——紫外分光光度计法

日常防护型口罩要求甲醛含量 ≤ 20 mg/kg，按 GB/T 2912.1 规定执行。国标 GB/T 2912.1-2009 规定了通过水萃取及部分水解作用的游离甲醛含量的测定方法，

适用于游离甲醛含量为 20-3500 mg/kg 的纺织品，检出限为 20 mg/kg，低于检出限报告的结果为未检出。也就是说，标准 GB/T 2912.1-2009 要求日常防护型口罩不得检出甲醛。

1.1.1 方法原理

试样在 40 °C 的水浴中萃取一定时间，萃取液用乙酰丙酮显色后，在 412 nm 波长下，用分光光度计测定显色液中甲醛的吸光度，对照标准甲醛工作曲线，计算出样品中游离甲醛的含量。

1.1.2 仪器配置

紫外分光光度计、10 mm 石英比色皿

1.1.3 仪器条件

数据模式：光度计

检测波长：412 nm



1.2 GB/T 2912.3 纺织品甲醛的测定 高效液相色谱法

除了国标 GB/T 2912.1-2009 规定了用紫外分光光度计的方法测定甲醛的含量，还可以参考国标 GB/T 2912.3-2009 使用高效液相色谱法对甲醛含量进行分析测定。

1.2.1 方法原理

试样经水萃取蒸汽吸收处理后，以 2,4-二硝基苯肼为衍生化试剂，生成 2,4-二硝基苯腙，用高效液相色谱-紫外检测器或二极管阵列检测器测定，对照标准工作曲线，计算出样品的甲醛含量。

1.2.2 仪器配置

高效液相色谱仪：四元梯度泵、自动进样器、柱温箱、UV 或 DAD 检测器

1.2.3 色谱条件

色谱柱：C18 色谱柱(5 μ m, 250 mm \times 4.6 mm)

流动相：乙腈+水(65+35)

流速：1.0 mL/min

柱温：30°C

检测波长：355 nm

进样量：20 μ L



2. 可分解致癌芳香胺染料含量的测定

日常防护型口罩规定禁用可分解致癌芳香胺染料，可分解致癌芳香胺染料按 GB/T 17592 和 GB/T 23344 规定执行。一般先按 GB/T 17592 检测，当检出苯胺和/或 1,4-苯二胺时，再按 GB/T 23344 检测。

2.1 纺织品禁用偶氮染料的测定

按照国标 GB/T 17592-2006 使用高效液相色谱法，检测纺织品中的禁用偶氮染料。

2.1.1 方法原理

样品在柠檬酸盐缓冲溶液介质中用连二亚硫酸钠还原分解以产生可能存在的禁用芳香胺，用液-液分配柱提取溶液中的芳香胺，浓缩后，用合适的有机溶剂定容，然后用高效液相色谱-二极管阵列检测器(HPLC-DAD)进行定量。

2.1.2 仪器配置

高效液相色谱仪：四元梯度泵、自动进样器、柱温箱、DAD 检测器

2.1.3 色谱条件

色谱柱：C18 色谱柱(5 μ m, 250 mm \times 4.6 mm)

流量：1.0 mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：15 μ L

检测器：二极管阵列检测器(DAD)

检测波长：240 nm, 280 nm, 305 nm

流动相 A：甲醇

流动相 B：0.575 g 磷酸二氢铵+0.7 g 磷酸氢二钠+100 mL 甲醇，用水溶解并定容至 1000 mL, pH=6.9

梯度：见表 1



表 1

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)	渐变方式
0	10	90	—
50	50	50	线性
20	100	0	线性

2.2 纺织品 4-氨基偶氮苯的测定

按 GB/T 32610-2016 《日常防护型口罩技术规范》要求，当按 GB/T17592 检出苯胺或 1,4-苯二胺时，再按 GB/T23344-2009 检测。

2.2.1 方法原理

样品在碱性介质中用连二亚硫酸钠还原，用液-液分配方法提取分解出的 4-氨基偶氮苯，用高效液相色谱二极管阵列检测器(HPLC-DAD)进行异构体确认，用外标法定量。

2.2.2 仪器配置

高效液相色谱仪：四元梯度泵、自动进样器、柱温箱、DAD 检测器

2.2.3 色谱条件

色谱柱：C18 色谱柱(5 μ m, 250 mm \times 4.6 mm)

流量：1.0 mL/min

柱温：40 $^{\circ}$ C

进样量：20 μ L

检测器：二极管阵列检测器(DAD)

检测波长：240 nm, 380 nm

流动相 A：乙睛

流动相 B：0.1%(体积分数)磷酸，即取 1 mL 磷酸溶于 1000 mL 水中

梯度：见表 2

表 2

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	10	90
3	10	90
30	90	10
35	90	10
40	10	90
50	10	90