

# T/ZTCA

团 体 标 准

T/ZTCA XXXX—XXXX

## 食品中微塑料检测技术规程

Technical specification for food microplastics detection

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中关村检验检测认证产业技术联盟 发布

# 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 基本要求 .....	1
5 样品采集与保存 .....	1
6 样品前处理 .....	1
7 检测指标与分析方法 .....	3
8 质量保证与质量控制 .....	4
9 数据与报告 .....	5

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由南京财经大学提出。

本文件由中关村检验检测认证产业技术联盟归口。

本文件起草单位：南京财经大学、安徽农业大学、××××

本文件主要起草人：谢旻皓、宋荣荣、陈贵杰。

# 食品中微塑料检测技术规程

## 1 范围

本文件规定了食品中微塑料检测的基本要求、样品采集与保存、样品前处理、检测指标与分析方法、质量保证与质量控制、数据与报告。

本文件适用于各类食品中尺寸大于 0.5  $\mu\text{m}$  的微塑料的检测。

## 2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

## 3 术语和定义

界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**微塑料** microplastics

尺寸小于 5 mm 的塑料制品、碎片或纤维。

### 3.2

**纳米塑料** nanoplastics

尺寸小于 1  $\mu\text{m}$  的塑料颗粒。

### 3.3

**微塑料丰度** abundance of microplastics

单位体积或单位质量的食品中微塑料的数量，一般以每升（个/L）或每千克（个/kg）食品中微塑料的数量表示，也可以每个食品个体中微塑料的数量表示。

## 4 基本要求

### 4.1 实验室环境

实验应在洁净室内进行，具备风淋系统或在超净工作台内操作，以减少空气中塑料纤维的沉降。

### 4.2 实验人员

实验人员应穿着 100% 纯棉工作服，佩戴丁腈手套，不应穿着合成纤维衣物。

## 5 样品采集与保存

应使用玻璃、金属等非塑料材料或经特殊清洗的特氟龙材质容器，不应使用聚乙烯（PE）、聚丙烯（PP）等常见塑料容器，采样过程中应避免样品与塑料制品直接接触。

## 6 样品前处理

### 6.1 干燥（可选）

高含水样品在分析前可进行干燥处理。干燥过程应在不超过 60 °C 的条件下进行，以避免塑料材料发生热变形、热降解或表面性质改变。对于热稳定性较差的聚合物，干燥温度宜控制在 40 °C 以下。冷冻干燥是一种优选的替代方案。

## 6.2 样品分割（可选）

针对样品中的不同部分，在消解前可进行分割处理，以去除非目标部位。分割过程应在洁净环境中进行，并使用经充分清洗且不含塑料成分的工具（如不锈钢或玻璃器具），以降低外源微塑料污染风险。

## 6.3 消解

6.3.1 消解步骤用于去除食品样品中复杂的有机基质（脂肪、蛋白、纤维素等）。与消解相关的参数（化学品或酶的类型、浓度、酶活性、消解时间、温度、pH 值）应进行全面描述。

6.3.2 常用的消解方法包括：

- a) 氧化消解法：如过氧化氢、芬顿试剂；
- b) 酸或碱消解法：稀释或浓酸、浓碱；
- c) 酶消解法：如蛋白酶、脂肪酶、纤维素酶等。

6.3.3 某些试剂和实验条件（例如温度）可能会影响塑料颗粒或颗粒表面，从而影响检测结果，宜根据样品选择合适的消解方法以去除有机物质。

6.3.4 在明确辅助措施和强度不会影响微塑料的数量和性质时，可采用微波、超声等方式加速消解过程。

## 6.4 分级与富集

### 6.4.1 一般规定

应根据分析需求和样品特性，选择尺寸分级或密度分级方式，对消解后样品中的微塑料进行分级。

### 6.4.2 尺寸分级

6.4.2.1 受现有光谱检测技术空间分辨率和检测限的限制，对消解后样品中的微塑料进行尺寸分级有助于选择合适的分析方法，并提高检测效率和准确性。

6.4.2.2 宜采用压力或真空过滤方式进行尺寸分级。滤材的选择应与研究目的及后续分析技术相匹配，且滤材本身不含有塑料成分。宜优先使用非聚合物滤材，如不锈钢滤网或氧化铝滤膜，其在耐化学性和背景干扰方面具有明显优势。滤器使用前应检查是否存在无机或有机污染物，并在必要时进行空白验证。

6.4.2.3 根据分析需求，粒径分级和滤材选择如下：

- a)  $>500\ \mu\text{m}$ ：滤材可选用不锈钢滤网；
- b)  $20\ \mu\text{m}\sim 500\ \mu\text{m}$ ：滤材可选用不锈钢滤网；
- c)  $<20\ \mu\text{m}$ ：滤材可选用氧化铝滤膜。

### 6.4.3 密度分级

6.4.3.1 使用饱和 NaCl 或  $\text{ZnCl}_2$  溶液，去除沙粒等重质无机杂质。

6.4.3.2 使用高密度 NaI 溶液精细分离，确保高密度微塑料的回收。

### 6.4.4 富集

6.4.4.1 针对需以液体形式进行分析的检测方法，应对滤膜上的微塑料进行进一步提取与富集。

6.4.4.2 宜采用超声提取方法，步骤如下：

- a) 将滤膜转移至盛有一定体积的无水乙醇的玻璃烧杯中，超声处理 3 min；

- b) 使用不锈钢镊子取出滤膜，并悬挂于烧杯上方，用 20 mL 无水乙醇冲洗滤膜，使残留颗粒全部收集至烧杯中；
- c) 将烧杯置于不超过 60 °C 的恒温箱中进行浓缩；
- d) 当样品体积小于 5 mL 时，使用玻璃移液管转移至玻璃样品瓶中，并在相同温度条件下继续浓缩至干；
- e) 浓缩过程中加盖玻璃或不锈钢表面皿，以防止空气中微塑料污染。

## 7 检测指标与分析方法

### 7.1 检测指标

7.1.1 微塑料检测指标至少应包括以下内容：

- a) 微塑料的丰度（以数量表示）；
- b) 微塑料的尺寸分布；
- c) 微塑料的形态特征（如纤维、碎片、薄膜、颗粒等）；
- d) 微塑料的聚合物类型。

7.1.2 根据研究目的和检测条件，可进一步报告其他辅助信息，如颜色、表面特征或谱图匹配度。

### 7.2 分析方法

#### 7.2.1 一般规定

7.2.1.1 红外光谱法通过获取颗粒中特定化学键的振动信息，实现对碳基聚合物的识别。不同聚合物由于其化学键组合不同，具有特征性的红外吸收谱图，可用于将塑料颗粒与天然有机物及无机颗粒加以区分。

7.2.1.2 根据颗粒尺寸及样品状态的不同，选择合适的红外分析模式进行检测。

7.2.1.3 若需获取质量信息，可选用热裂解-气相色谱-质谱联用法（Pyr-GC-MS）。

#### 7.2.2 衰减全反射傅里叶变换红外光谱（ATR-FTIR）

7.2.2.1 粒径大于 500  $\mu\text{m}$  推荐适用 TR-FTIR。

7.2.2.2 ATR-FTIR 模式是一种通过表面接触进行分析的方式，通过附件晶体与样品接触来获得样品表层的化学结构信息。该模式不受样品厚度、表面形态和基底噪音的干扰，谱图信噪比较高，适用于较大尺寸颗粒的定性分析。

7.2.2.3 食品中的目标颗粒经抽滤收集于不锈钢滤膜上，使用体视显微镜对滤膜上的颗粒进行初步观察和成像，统计微塑料数量，并记录其尺寸和形态特征。随后采用显微红外光谱的 ATR 模式对单个目标颗粒进行聚合物类型鉴别。

#### 7.2.3 激光红外光谱（LDIR）

7.2.3.1 粒径范围大于 20  $\mu\text{m}$  推荐适用 LDIR。粒径大于 10  $\mu\text{m}$  的微塑料样品，也可使用显微红外光谱仪（ $\mu\text{FTIR}$ ）扫描判定成分。

7.2.3.2 激光红外成像系统采用量子级联激光器作为光源，结合高速扫描光学元件和电冷却的汞镉碲检测器，通过快速红外成像进行样品定位和光谱采集。将采集的红外光谱与标准谱图比对，可对微塑料定性和定量分析。

7.2.3.3 将富集所得浓缩液使用玻璃吸管滴加至标准反射窗片表面。滴加完成后，使用玻璃皿完全覆盖窗片以防止空气污染，并静置至无水乙醇完全挥发。将干燥后的窗片放入激光直接红外成像系统样品仓内，样品台完成自动对焦后，根据显微图像选定检测区域。采用固定波数对选定区域进行扫描，获取

颗粒的红外吸收信息。利用激光红外成像系统中数据库进行谱图检索分析，将匹配度达到 60% 以上的目标物确定最终成分并输出包括颗粒数量、尺寸、成分和匹配度等指标结果。

#### 7.2.4 光学光热红外光谱 (O-PTIR)

7.2.4.1 粒径小于 20  $\mu\text{m}$  推荐适用 O-PTIR。

7.2.4.2 光学光热红外光谱是一种基于红外吸收引起局部热膨胀并通过可见光探测的分析技术，可突破传统红外显微镜的衍射极限，实现亚微米尺度的红外化学成像。O-PTIR 技术适用于对小尺寸微塑料颗粒的聚合物类型鉴别，尤其适用于传统 FTIR 技术分辨率受限的颗粒。

7.2.4.3 将经尺寸分级后的目标颗粒转移至适用于 O-PTIR 分析的惰性基底（如氧化铝、硅片或标准反射窗片）上，在洁净条件下自然干燥后进行检测。通过采集单颗粒的红外吸收谱图，并与标准谱库进行比对，实现聚合物类型的判定。

### 8 质量保证与质量控制

#### 8.1 基本要求

微塑料分析过程应满足以下基本要求：

- a) 实验人员着纯棉工作服，避免穿着合成材质的衣物；
- b) 使用玻璃和金属材质的器具，避免样品直接接触塑料制品；
- c) 与样品有直接接触的器具用纯水预先清洗，并在使用前进行覆盖避免污染，必要时在使用前再次用纯水进行冲洗；
- d) 实验用水和试剂在使用前通过孔径不大于 0.45  $\mu\text{m}$  的滤膜过滤。

#### 8.2 实验室洁净度空白

8.2.1 在样品分析过程中，应设置实验室洁净度空白，用于评估实验环境中空气、器具及操作过程对样品造成的潜在污染。

8.2.2 洁净度空白应在与样品处理相同的环境条件下进行，并按分析方法中的要求执行，在结果中记录空白样品中检出的微塑料数量、尺寸及类型。

#### 8.3 程序控制空白

8.3.1 每批样品分析应至少设置 3 个程序控制空白，程序空白应不加入实际样品，仅使用实验中所用的试剂和器具，并完全按照样品前处理和分析方法执行。

8.3.2 程序空白结果用于评估前处理和分析流程引入的背景污染，其结果应在样品结果解释中予以考虑。

#### 8.4 样品重复分析

样品应随机抽取不少于采集样品总数的 10% 进行样品的实验室重复分析。两个平行样品的测定结果差值的绝对值应不大于平均值的 20%，否则应重新测定。

#### 8.5 加标回收率

为评价样品前处理的回收效率，应使用 PE、PP、PET 标准颗粒进行加标回收实验。加标回收率宜处于 80%~105% 之间。如回收率低于该值，应分析原因并在结果中进行说明。

#### 8.6 微塑料参考物质

8.6.1 应使用具有与特定食品样品相关的参考物质。成分应为食品中常见塑料种类，如聚乙烯、聚丙烯

烯、聚苯乙烯、聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚酰胺等。参考物质中的微塑料至少应包含 3 种不同成分，覆盖微塑料整个尺寸范围，根据分析方法应尽可能接近微塑料的尺寸下限。

8.6.2 微塑料参考物质可通过购买商品化塑料颗粒，或通过切割、低温研磨等方法自行制作。微塑料参考物质应具有稳定性，避免实验过程中分裂成多个颗粒。

## 9 数据与报告

### 9.1 样品记录

应对样品信息进行完整记录，至少包括以下内容：

- a) 样品名称、类型及来源；
- b) 采样时间、采样地点及采样方式；
- c) 样品运输方式；
- d) 样品包装方式及直接接触材料；
- e) 样品保存条件及保存时间。

### 9.2 检测数据处理

#### 9.2.1 微塑料丰度定量

微塑料丰度的平均值以算术平均值计算。按照上述方法开展样品重复分析的微塑料丰度和以样品重复分析的结果计算平均值。微塑料丰度表示如下：

- a) 液体食品微塑料丰度一般用“个/L”表示；
- b) 固体食品微塑料丰度一般用“个/kg”表示；
- c) 单个样品的微塑料丰度可使用“个/个体”表示；
- d) 未检出使用“<1 个”来表示。

#### 9.2.2 颗粒形貌

根据显微观察结果对微塑料颗粒的形态进行分类与描述。常见形态包括但不限于：纤维状、碎片状和颗粒状。

### 9.3 化学成分定性定量

9.3.1 微塑料的聚合物类型应通过光谱分析进行判定。将未知颗粒的红外光谱与数据库中标准聚合物光谱进行比对，根据谱图匹配度对结果进行判定。

9.3.2 结果判定原则如下：

- a) 当谱图匹配度  $\geq 70\%$  时，可认定为相应聚合物类型的微塑料；
- b) 当谱图匹配度介于  $60\% \sim 70\%$  时，应结合颗粒形态、吸收峰特征等信息进行进一步确认；
- c) 当谱图匹配度  $< 60\%$  时，不予认定为微塑料。

9.3.3 在报告结果时，应注明所采用的谱库类型及匹配阈值。

---