

《食品接触用材料及制品中可迁移微塑料的测定 激光红外成像法》简要编制说明

一、标准起草的基本情况

微塑料作为一种新污染物，在国内外均收到政策的管控。目前，国内外微塑料的测试标准主要集中在海水、污水、土壤、饮用水等领域，缺乏食品接触材料及制品中可迁移微塑料的标准化测试方法。而食品接触用材料材质丰富，产品种类繁多，行业在应对产品原材料选择、供应链管理以及微塑料风险舆情应对时急需标准化的测试方法。因此，本标准基于激光红外成像法建立食品接触材料及制品中微塑料的标准化检测方法，助力食品相关产品中可迁移微塑料定性和定量的快速准确测定，可填补食品接触材料及制品中微塑料检测方法标准的空白，解决相关企业供应链管理和风险管控需求，为监管部门提供技术支撑。

本工作小组于2024年9月至12月开展研究，2025年3月提交项目申请，2025年5月15日召开立项验证会，并通过专家立项评审。随后根据评审建议并征集相关单位的意见，形成团体标准草案。针对标准草案征集意见，对团体标准草案进一步修改完善，形成团体标准征求意见稿。

二、标准的重要内容及主要情况

本标准适用于食品接触用塑料、硅橡胶、橡胶、涂层及其制品中可迁移微塑料的测定方法。

标准的重要内容包括有：范围、规范性引用文件、术语和定义、原理、试剂和材料、仪器和设备、试样处理、光谱测试、结果计算、实验报告、质量保证与控制、注意事项，附录A中提供了常见食品接触用材料的参考红外谱图。

三、国内和国际标准情况

目前国内外针对微塑料的检测方法标准主要涉及海水、污水、土壤、饮用水等领域。国内外均未有关于食品接触材料及制品中微塑料的检测方法标准。国外微塑料检测标准主要有ISO 14804:2022 《水质—环境样本中微塑料的分析方法》、ISO 21422:2020 《环境监测—颗粒物中合成聚合物的测定》、ASTM D7506-21 《水样中微塑料的测定标准实施规程》、ASTM D8173-22 《环境颗粒物中微塑料的测定标准指南》、EPA 1633 《废水、地表水和污泥中微塑料的测定》、ASTM D7869-20 《环境样本中微塑料的取样和表征标准指南》等。国内微塑料相关检测标准有GB/T 40146-2021 《化妆品中塑料微珠的测定》、GH/T 1378-2022 《农田地膜源微塑料残留量的测定》、DB37/T 4323-2021 《海水增殖区环境微塑料监测技术规范》、DB21/T 2751-2017 《海水中微塑料的测定 傅立叶变换显微红外光谱法》、T/CSTM 00887-2024 《海产品中微塑料测试 傅里叶变换显微红外光谱法》、T/CSUS 32-2021 《污水中微塑料的测定 显微拉曼光谱法》、T/CSTM 00885-2024 《土壤中微塑料的测试 傅里叶变换显微红外光谱法》等。

标准中光谱类检测方法主要有傅立叶变换显微红外光谱和显微拉曼光谱。傅立叶变换显微红外光谱分辨率约20 μm ，受到人为干扰较大，且测试效率较低。显微拉曼光谱分辨率约5 μm ，但易受到荧光干扰，检测过程耗时较长。

激光红外成像法采用量子级联激光器，具有光谱采集速度快，分辨率高（约10 μm ），无需人为挑拣，测试效率高的特点。国内在2025年发布1项关于激光红外光谱的标准：SC/T

9452-2025 《水产养殖环境（水体、底泥）中微塑料的测定 激光红外成像法》。国外ISO 24187:2023 Principles for the analysis of microplastics present in the environment; EU 2024/1441 A methodology to measure microplastics in water intended for human consumption; ISO/DIS 16094-2 Water quality-Analysis of microplastic in water Part 2: Vibration spectroscopy methods for waters with low content of suspended solids including drinking water; ASTM WK87463 New test method for spectroscopic identification and Quantification of microplastic particles in water using infrared (IR) spectroscop中均列举了激光红外成像法的检测方法。

但目前基于激光红外成像法在食品接触材料及制品中可迁移微塑料的测定标准仍然是空白。

四、确定各项技术内容的依据

4.1 检测方法的确定

4.1.1 检测设备的选择

激光红外成像具有光谱采集速度快，分辨率高，无需人为挑拣，测试效率高的特点。美国环保署在“Analytical and Bioanalytical Chemistry”上发表了题为“A high-throughput, automated technique for microplastics detection, quantification, and characterization in surface waters using laser direct infrared spectroscopy”的研究论文。作者购买了海洋废弃物研究中心的聚合物标准品并利用激光红外成像进行了分析测试，从测试结果来看，激光红外成像与傅里叶变换显微红外定性结果相近。然而，由于激光红外成像具有自动化简单快速的测试流程以及可重复的颗粒分析方法，使其成为高通量微塑料测试较为理想的选择。针对于食品接触用材料及制品中可迁移的微塑料小颗粒的特点，能实现颗粒自动识别，无需人为挑拣的激光红外成像测试方法是更为适合的。

检测所选用的激光红外成像系统需配有量子级联激光光源，激光光源需覆盖 $1800\text{ cm}^{-1}\sim 975\text{ cm}^{-1}$ 指纹区。

4.1.2 试样处理

4.1.2.1 迁移实验

按照 GB 5009.156 及 GB 31604.1 的要求，对样品进行迁移试验，得到食品模拟物试液。

水性食品：乙醇含量 $\leq 10\%$ （体积分数）和非酸性食品（ $\text{pH}\geq 5$ ）可选择 10% （体积分数）的乙醇或水作为食品模拟物；酸性食品（ $\text{pH}< 5$ ）可选择 4% （体积分数）乙酸作为食品模拟物。

含酒精饮料：乙醇含量 $> 10\%$ （体积分数）和乙醇含量 $\leq 20\%$ （体积分数）可选择 20% （体积）乙醇作为食品模拟物； 20% （体积分数） $<$ 乙醇含量 $\leq 50\%$ （体积分数）可选择 50% （体积分数）乙醇作为食品模拟物；乙醇含量 $> 50\%$ （体积分数）可选择实际浓度或 95% （体积分数）乙醇作为食品模拟物。

油脂及表面含油脂食品：可选择植物油如橄榄油作为食品模拟物。

配制的食品模拟物使用孔径 $10\text{ }\mu\text{m}$ 不锈钢滤膜过滤，保存在玻璃试剂瓶中备用。

4.1.2.2 微塑料的提取

由于食品模拟液都为澄清溶液，因此无需再进行进一步消解。将全部浸泡液经 $10\text{ }\mu\text{m}$ 不锈钢滤膜真空抽滤。用 50 mL 无水乙醇冲洗浸泡液烧杯、滤杯及滤膜内壁，重复 $2\sim 3$ 次。将滤膜移入盛有 30 mL 无水乙醇的玻璃烧杯中，超声处理 3 min 。用不锈钢镊子取出滤膜，悬挂于烧杯上方，以 20 mL 无水乙醇冲洗滤膜，使残留物收集于烧杯中。

将玻璃烧杯置于不超过 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱中浓缩。待样品体积少于 5 mL 时，用玻璃吸管将样品转移至 10 mL 玻璃鸡心瓶中，于相同温度下继续浓缩至干。

向浓缩样品中加入150 μL 无水乙醇，超声处理3 min。立即用玻璃吸管吸取溶液，滴加至标准反射窗片上。滴加完成后，用玻璃皿完全罩住窗片，静置至无水乙醇完全挥发后进行检测。

微塑料提取过程中避免接触塑料材质以防污染。每批样品应至少测定一个全过程空白，用于检查样品从采集到分析全过程是否受到污染。

4.1.3 光谱测试

将反射窗片置入激光红外成像系统样品仓内，设置尺寸下限为10 μm ，样品台完成自动对焦后，根据图像选择检测区域，并用1442 cm^{-1} 处固定波数对选定面积进行扫描。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78%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。

如样品的谱图未在标准谱库中，需要对样品建立谱图并补充入标准谱库中。

常见塑料材质的谱图如图1所示：

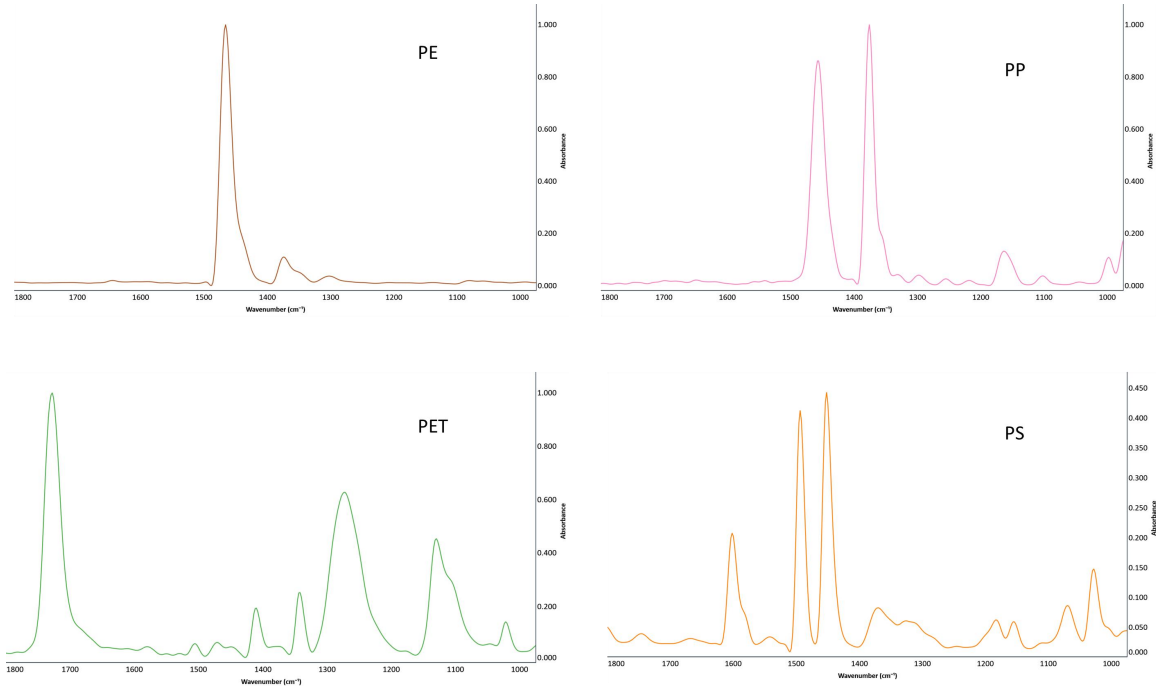


图1 聚乙烯（PE）、聚丙烯（PP）、聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）、聚苯乙烯（PS）的红外光谱图

4.2 方法验证

分别对部分塑料、硅橡胶、橡胶和涂层制品开展微塑料测定的方法验证。采用4%（体积分数）乙酸、20%（体积分数）乙醇、50%（体积分数）乙醇、95%（体积分数）乙醇、橄榄油作为食品模拟物，开展模拟物中微塑料的提取方法优化及加标回收率测定等，并进行了实验室间方法验证和方法比对，最终形成了标准征求意见稿。本标准方法中重复性满足相对标准偏差RSD $\leq$ 10%，加标回收率满足60%~100%。