ICS 71.100.70
CCS Y 42

中华人民共和国国家标准

GB/T 40146—2021

化妆品中塑料微珠的测定

Determination of plastic microbead in cosmetics

2021-05-21 发布　　2021-09-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

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。

本文件由全国质量监管重点产品检验方法标准化技术委员会(SAC/TC 374)提出并归口。

本文件起草单位：深圳市计量质量检测研究院、中检华纳(北京)质量技术中心有限公司、华纳通标(北京)认证有限公司、彭氏(惠州)实业发展有限公司、御家汇股份有限公司、万华化学集团股份有限公司、广州市科能化妆品科研有限公司、纳爱斯浙江科技有限公司、完美(广东)日用品有限公司、广东芭薇生物科技股份有限公司、中检联盟(北京)质检技术研究院有限公司。

本文件主要起草人：黄开胜、陈泽虹、廖佳、谷茜、陈泽勇、倪宝江、赵彦、李传茂、孟杰、彭燕辉、戴跃锋、贾海东、钱利敏、蔡国强、黄瑞娟、李适炜、郑存哲。

化妆品中塑料微珠的测定

1 范围

本文件规定了采用傅立叶变换红外光谱法、傅立叶变换显微红外光谱法测定化妆品中塑料微珠的原理、试剂和材料、仪器设备、试样处理、光谱测试、谱图分析和结果报告。

本文件适用于化妆品中塑料微珠的测定，牙膏、香皂、洗衣液等其他日化产品可参照使用。

本文件不适用于彩妆类化妆品中塑料微珠的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 1914 化学分析滤纸

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

塑料微珠 plastic microbead

尺寸小于或等于5 mm且不溶于水的固体塑料颗粒。

4 原理

样品用适当溶剂分散，经网孔尺寸5 mm的不锈钢试验筛过滤，滤液经滤纸抽滤，用溶剂淋洗滤纸上的固体颗粒，烘干后对固体颗粒采用傅立叶变换红外光谱法定性。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 无水乙醇。

5.2 正己烷。

5.3 异丙醇。

5.4 溴化钾：光谱纯，用前需于105 ℃干燥1 h。

5.5 95%乙醇。

5.6 乙醇水溶液：取50 mL无水乙醇(5.1)加100 mL水混合均匀。

5.7 不锈钢试验筛：符合GB/T 6003.1规定的金属丝编织网试验筛，网孔尺寸5 mm。

5.8 中速定性滤纸：符合GB/T 1914规定的中速定性滤纸。

5.9 慢速定性滤纸：符合 GB/T 1914 规定的慢速定性滤纸。

6 仪器设备

6.1 傅立叶变换红外光谱仪：配有衰减全反射(ATR)测定装置或显微红外测定装置(含 ATR 附件、金刚石压池)，波数范围 4 000 cm^{-1}～400 cm^{-1}。

6.2 分析天平：精度 0.001 g。

6.3 电热恒温水浴锅：控温精度±2 ℃，带多孔盖。

6.4 烘箱：控温精度±2 ℃。

6.5 玛瑙研钵。

6.6 抽滤装置。

7 试样处理

7.1 总则

7.1.1 样品处理方法的选择

称取约 5 g 代表性样品至 250 mL 烧杯中，加 100 mL 热水搅拌，观察样品在水中的分散状态。完全分散的情况下，按照 7.2.1 进行处理；分散于水有絮状物析出的情况下，按照 7.2.2 进行处理；分散于水产生大量泡沫的情况下，按照 7.2.3 进行处理；不分散于水的情况下，按照 7.2.4 进行处理。

7.1.2 辅助处理方式

由于化妆品基体的复杂性，为了兼顾样品处理效果及效率，可采用以下辅助处理方式：

——如果样品含有蜡、胶体等造成难以过滤，可分三次用不少于 150 mL 溶剂溶解，通过静置或离心等方式直接弃去含蜡或胶体的液体，收集固体再进行样品处理；

——如果抽滤时有气泡，可加少量的异丙醇(5.3)消泡；

——如果目测明显没有大于 5 mm 的固体颗粒，可省略不锈钢试验筛过滤步骤；

——如果得到的固体颗粒存在基体(如蜡、胶体等)干扰红外定性分析的情况，可用适量乙醇水溶液(5.6)和 正己烷(5.2) 依次淋洗该固体颗粒，抽滤烘干，收集固体颗粒待测。

7.2 样品处理

7.2.1 方法 1

称取约 5 g 试样至 250 mL 烧杯中，加 5 mL 水，用玻璃棒不断搅拌以破碎分散悬浮颗粒，再加 95 mL水，搅拌均匀，置于 60 ℃水浴中加热分散，趁热用不锈钢试验筛(5.7)过滤，收集滤液于烧杯中，滤液用中速定性滤纸(5.8)抽滤，分次用不少于 100 mL 热水淋洗不溶物直至基体被淋洗干净，然后分次用 30 mL 热无水乙醇(5.1)淋洗不溶物并抽滤。若中速定性滤纸上无固体颗粒，滤液应用慢速定性滤纸(5.9)进行抽滤，用不少于 100 mL 热水和 30 mL 热无水乙醇(5.1)依次淋洗。抽滤完毕，将滤纸和不溶物放置于原烧杯中，于 60 ℃烘箱(6.4)中烘干，置于干燥器中放置至室温，收集固体颗粒待测。

7.2.2 方法 2

称取约 5 g 试样至 250 mL 烧杯中，加 5 mL 乙醇水溶液(5.6)，用玻璃棒不断搅拌以破碎分散悬浮颗粒，再加 95 mL 乙醇水溶液(5.6)，搅拌均匀，置于 60 ℃水浴中加热分散，趁热用不锈钢试验筛(5.7)过滤，收集滤液于烧杯中，滤液用中速定性滤纸(5.8)抽滤，分次用不少于 100 mL 热乙醇水溶液(5.6)淋洗不溶物直至基体被淋洗干净，然后分次用 30 mL 热无水乙醇(5.1)淋洗不溶物并抽滤。若中速定性

滤纸上无固体颗粒，滤液应用慢速定性滤纸(5.9)进行抽滤，用不少于 100 mL 热乙醇水溶液(5.6)和 30 mL热无水乙醇(5.1)依次淋洗。抽滤完毕，将滤纸和不溶物放置于原烧杯中，于 60 ℃烘箱(6.4)中烘干，置于干燥器中放置至室温，收集固体颗粒待测。

7.2.3 方法 3

称取约 5 g 试样至 250 mL 烧杯中，加 5 mL 水，用玻璃棒不断搅拌以破碎分散悬浮颗粒，再加 95 mL无水乙醇(5.1)，搅拌均匀，置于 60 ℃水浴中加热分散，趁热用不锈钢试验筛(5.7)过滤，收集滤液于烧杯中，静置后用倾泻法通过中速定性滤纸(5.8)进行抽滤，将清液尽量排干，不溶物尽量留在烧杯中。分次用不少于 100 mL 热 95%乙醇(5.5)重复倾泻法淋洗烧杯中不溶物并抽滤。接着在烧杯中加 100 mL 水，置于 60 ℃水浴中加热分散，静置，趁热抽滤，分次用不少于 100 mL 热水淋洗不溶物直至基体被淋洗干净，然后分次用 30 mL 热无水乙醇(5.1)淋洗不溶物并抽滤。若中速定性滤纸上无固体颗粒，滤液应用慢速定性滤纸(5.9)进行抽滤，用不少于 100 mL 热 95%乙醇(5.5)、不少于 100 mL 热水和 30 mL 热无水乙醇(5.1)依次淋洗。抽滤完毕，将滤纸和不溶物放置于原烧杯中，于 60 ℃烘箱(6.4)中烘干，置于干燥器中放置至室温，收集固体颗粒待测。

7.2.4 方法 4

称取约 5 g 试样(样品存在基体干扰的情况下，如：蜡、胶体等，可适当减少称样量，但不少于 1 g)于 250 mL 烧杯中，加 5 mL 正己烷(5.2)，用玻璃棒不断搅拌以破碎分散悬浮颗粒，再加 95 mL 正己烷(5.2)，搅拌均匀，用不锈钢试验筛(5.7)过滤，收集滤液于烧杯中，静置后用倾泻法通过中速定性滤纸(5.8)进行抽滤，将清液尽量排干，不溶物尽量留在烧杯中。分次用不少于 100 mL 正己烷(5.2)重复倾泻法淋洗烧杯中不溶物并抽滤。接着将烧杯置于 60 ℃水浴中加热蒸干后加 100 mL 水，置于 60 ℃水浴中加热分散，静置，趁热抽滤，分次用不少于 100 mL 热水淋洗不溶物直至基体被淋洗干净，然后分次用 30 mL 热无水乙醇(5.1)淋洗不溶物并抽滤。若中速定性滤纸上无固体颗粒，应将正己烷滤液和水滤液依次用慢速定性滤纸(5.9)进行抽滤，用不少于 100 mL 正己烷(5.2)、不少于 100 mL 热水和 30 mL 热无水乙醇(5.1)依次淋洗。抽滤完毕，将滤纸和不溶物放置于原烧杯中，于 60 ℃烘箱(6.4)中烘干，置于干燥器中放置至室温，收集固体颗粒待测。

8 光谱测试

8.1 傅立叶变换红外光谱法

8.1.1 样品制备

8.1.1.1 溴化钾压片法

取 1 mg～2 mg 固体颗粒与约 100 mg 溴化钾(5.4)混合均匀，在玛瑙研钵(6.5)中研磨成细粉，在压片装置上压制成透明片剂。

8.1.1.2 衰减全反射(ATR)法

直接取固体颗粒置于 ATR 棱镜上，从样品后侧加压，使样品与棱镜均匀接触，或按照仪器的 ATR 附件使用说明书操作。

8.1.2 测试步骤

8.1.2.1 仪器参数设置

傅立叶变换红外光谱仪分辨率不低于 4 cm^{-1}；扫描次数为 16 次～32 次。

8.1.2.2 谱图采集

将制备好的样品置于红外光谱仪样品室，采集红外光谱图。

8.2 傅立叶变换显微红外光谱法

8.2.1 样品制备

8.2.1.1 直接测试法

取适量待测固体颗粒于标准载物片或 ATR 附件上进行测试。

8.2.1.2 金刚石压池法

取适量待测固体颗粒置于金刚石片中间，盖上另一片金刚石片后旋转金刚石片将待测固体颗粒压平，制成透明薄片进行测试。

8.2.2 测试步骤

8.2.2.1 仪器参数设置

物镜不低于 15 倍；分辨率不低于 8 cm^{-1}；扫描次数为 16 次～64 次。

8.2.2.2 谱图采集

将制备好的样品置于显微红外样品台上，对样品表面聚焦后即可采集样品的红外光谱图。由于显微红外测试样品取样量很少，单次测试不具有代表性，应该根据样品实际情况选取不同颗粒进行多次测试。

9 谱图分析

9.1 计算机检索

利用傅立叶变换红外光谱仪计算机检索系统进行谱图检索分析，根据检索结果，用计算机检索系统的谱图与采集的谱图比对进行定性分析。应注意检索结果受样品纯度、化合物结构及光谱库的影响。

9.2 参比光谱分析

由已知塑料采用与样品相同的测试条件测定或通过查阅资料获得参比光谱图，将样品的红外光谱图与参比光谱图进行比对，根据其特征吸收峰的位置、数目、相对强度和形状进行定性分析。附录 A 给出部分塑料的红外光谱图和吸收特性。

10 结果报告

根据试样处理及傅立叶变换红外光谱法或傅立叶变换显微红外光谱法的谱图分析情况，报告结果：

——当按第 9 章谱图分析确认存在塑料时，报告塑料微珠颜色及种类；

——当按第 7 章试样处理未收集到固体颗粒，或虽然收集到固体颗粒但按第 9 章谱图分析未检出塑料时，报告为“未检出”。

附 录 A
（资料性）
部分塑料的红外光谱图和吸收特性表

图 A.1～图 A.9 给出了部分塑料的红外光谱图，表 A.1～表 A.9 给出了相应塑料的吸收特性。

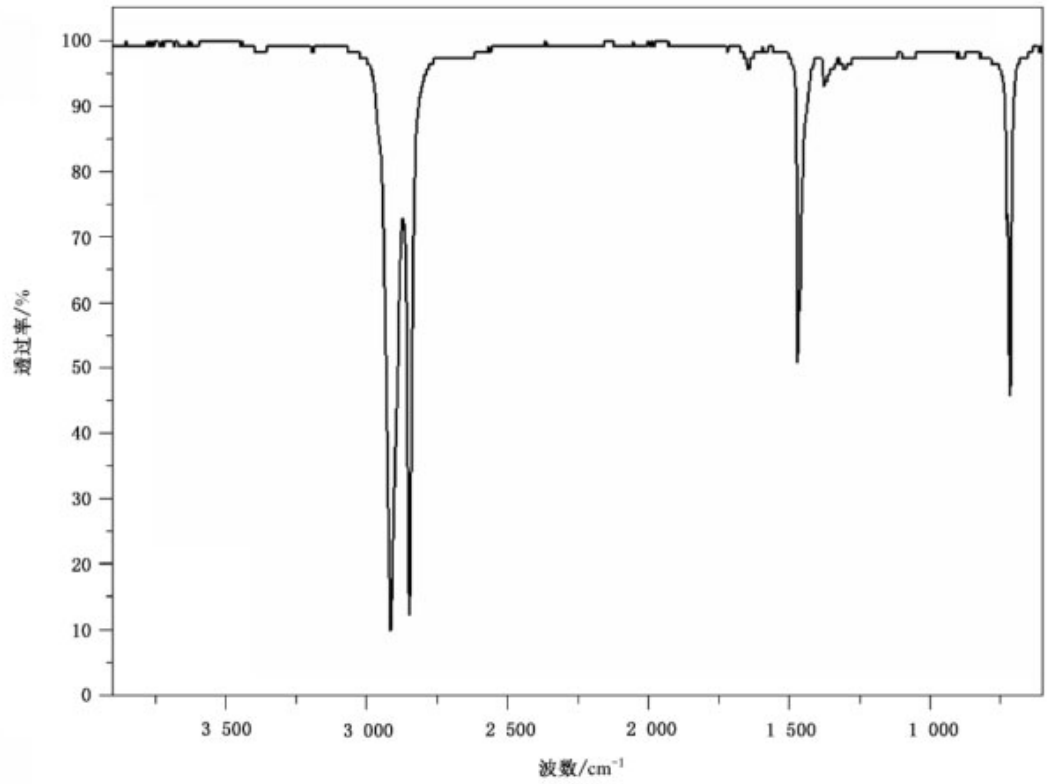

图 A.1 聚乙烯(PE)的红外光谱图

表 A.1 聚乙烯(PE)的吸收特性

波数 cm^{-1}	峰强度	相关结构
2 925,2 857	极强	—CH_2—
1 472,1 462	中，双峰	—CH_2—
730,719	中，双峰	—CH_2—

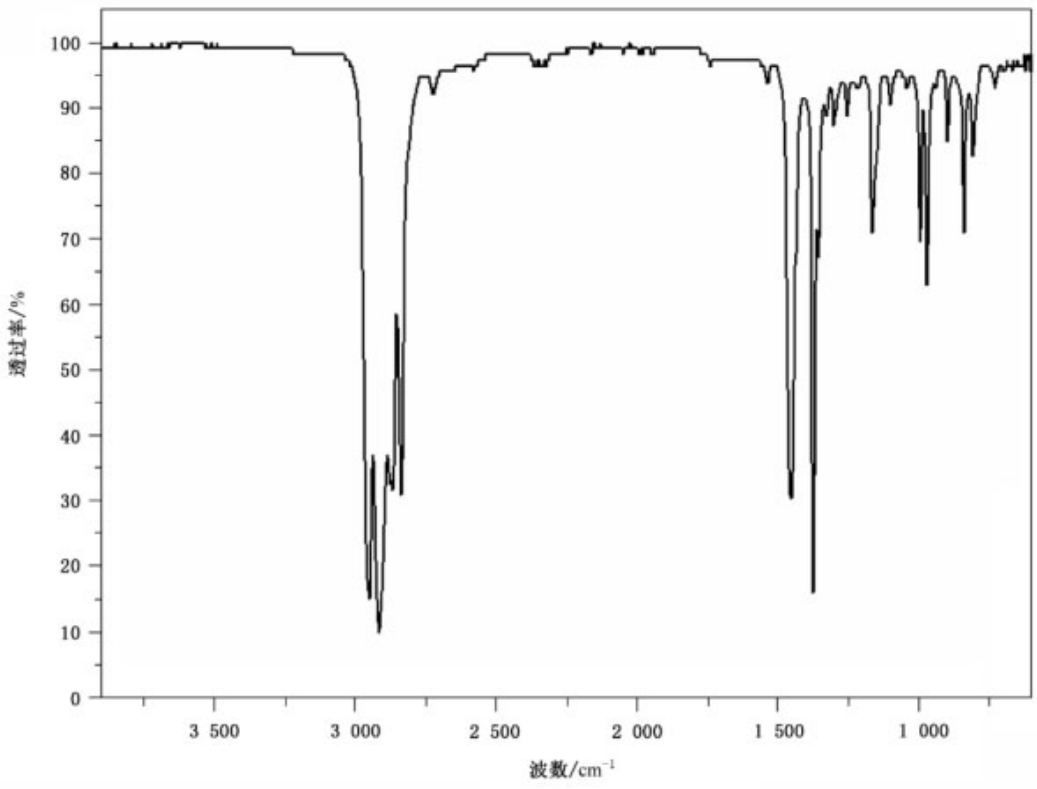

图 A.2　聚丙烯(PP)的红外光谱图

表 A.2　聚丙烯(PP)的吸收特性

波数 cm^{-1}	峰强度	相关结构
2 960,2 920	极强	C—H,—CH_2—,—CH_3
1 377	强	—CH_3
2 877,2 837	强	C—H,—CH_2—,—CH_3
1 458	强	—CH_2—
998,973	中	—CH_3,—CH_3
1 167	中	—CH_3

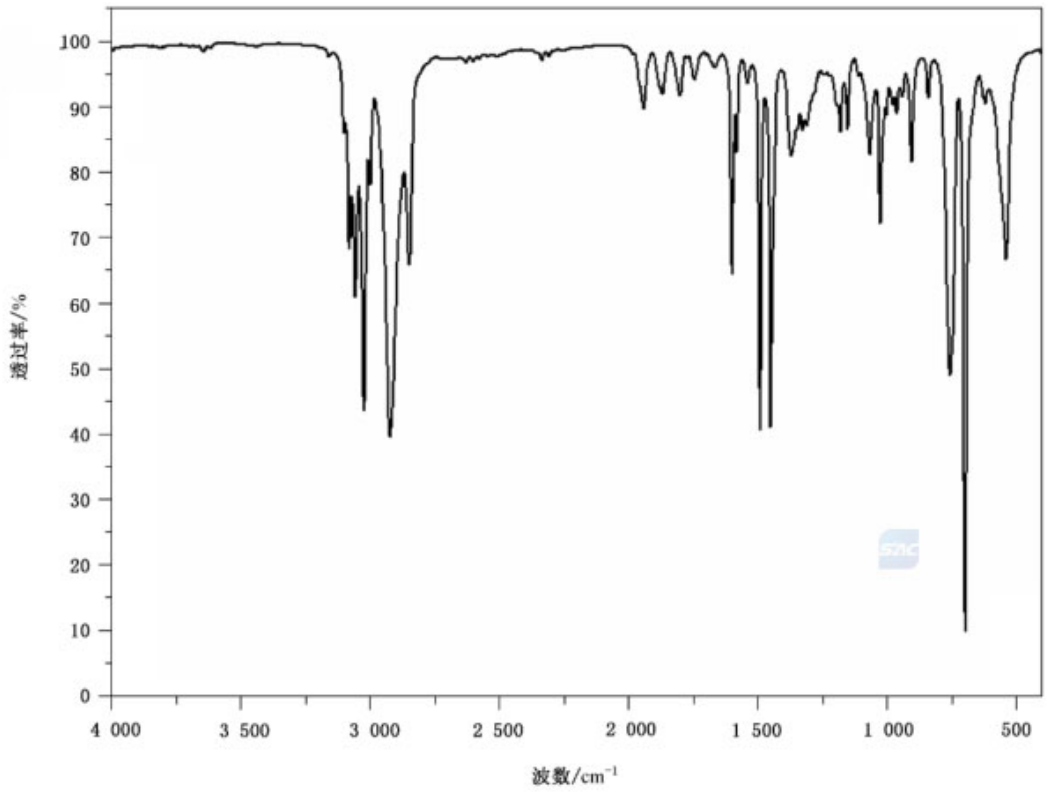

图 A.3　聚苯乙烯(PS)的红外光谱图

表 A.3　聚苯乙烯(PS)的吸收特性

波数 cm^{-1}	峰强度	相关结构
757,699	极强,双峰	苯环单取代
2 923,2 849	极强	饱和—CH_2—
3 102,3 081,3 065,3 025,3 001	极强	不饱和 C—H
1 493	强	苯环
1 452	强	C—H
1 601	中	苯环
1 070,1 028	中	苯环单取代

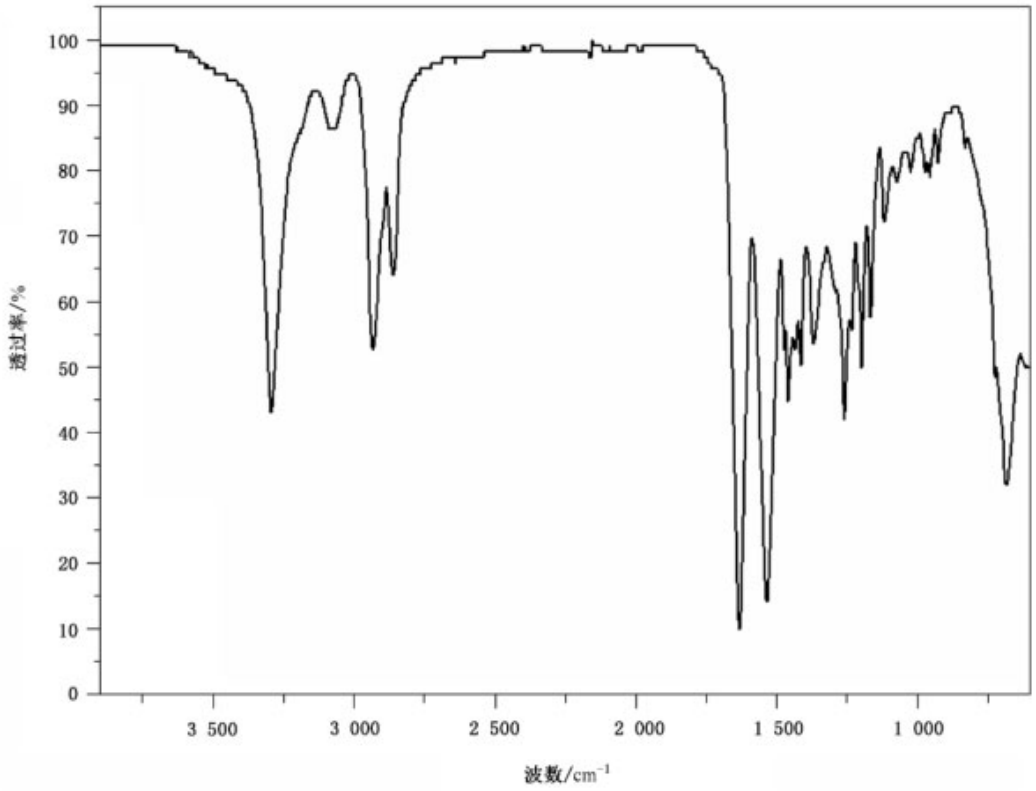

图 A.4　尼龙(PA)的红外光谱图

表 A.4　尼龙(PA)的吸收特性

波数 cm^{-1}	峰强度	相关结构
3 300	强	N—H
1 640	强	酰胺Ⅰ带
1 544	强	酰胺Ⅱ带
2 937,2 867	中	C—H
1 430	弱	C—H
1 260	弱	酰胺Ⅲ带

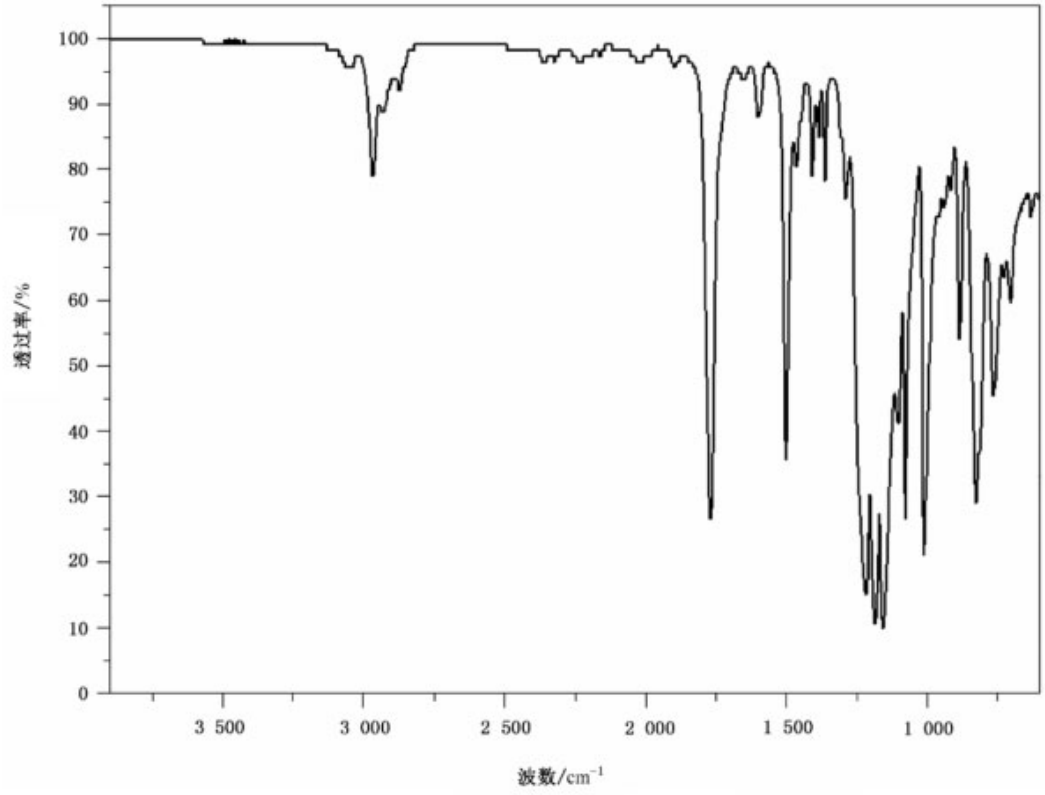

图 A.5　聚碳酸酯(PC)的红外光谱图

表 A.5　聚碳酸酯(PC)的吸收特性

波数 cm^{-1}	峰强度	相关结构
1 190,1 160	极强	—C—O—
1 230	极强	—C—O—
1 774	强	—C=O
1 602,1 505	中	芳环
1 079,1 013	中	芳环
830	中	芳环

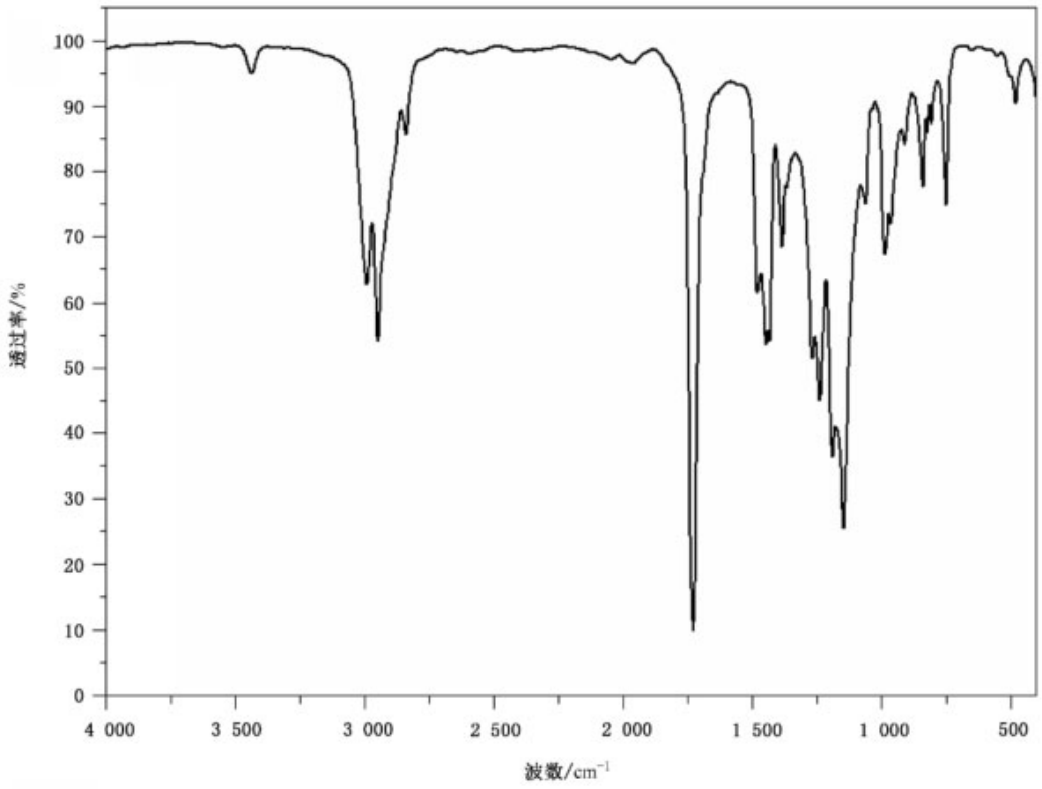

图 A.6　聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)的红外光谱图

表 A.6　聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)的吸收特性

波数 cm^{-1}	峰强度	相关结构
1 731	强	—C═O
1 148	强	—C—O—
1 200	强	—C—O—
1 450,1 390	中	—CH_2—
1 272,1 241	中,双峰	—C—O—
2 994,2 952	弱,双峰	—CH—
988	弱	—CH—

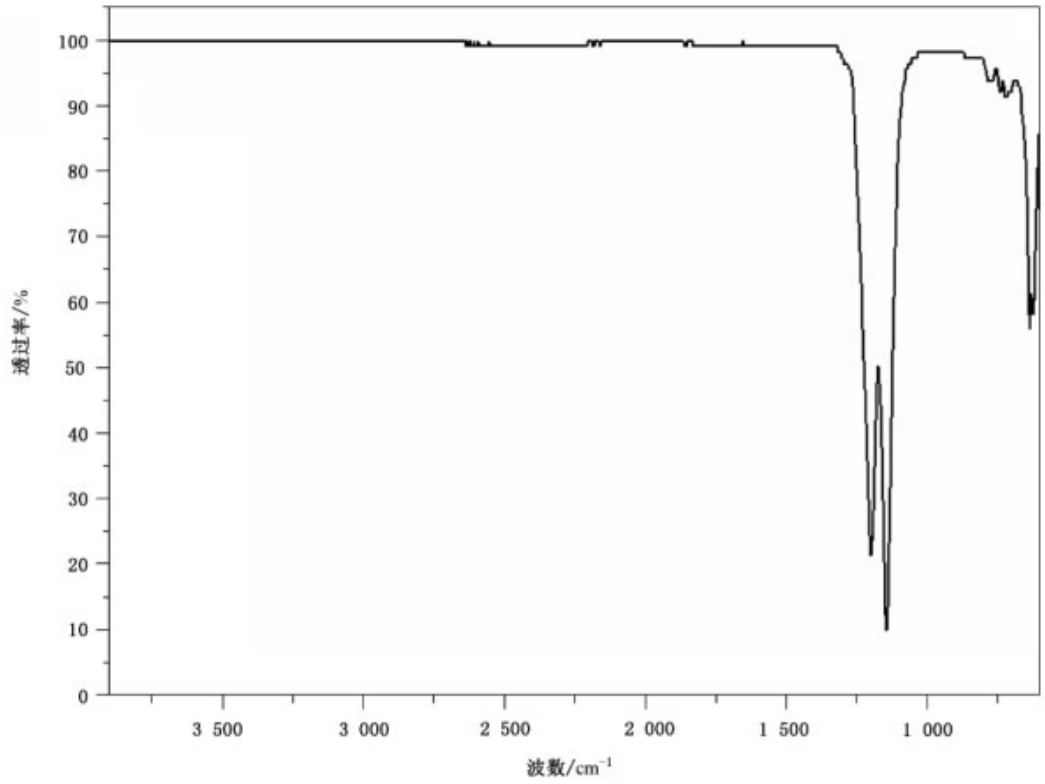

图 A.7　聚四氟乙烯(PTFE)的红外光谱图

表 A.7　聚四氟乙烯(PTFE)的吸收特性

波数 cm^{-1}	峰强度	相关结构
1 217	极强	—CF_2—
1 153	极强	—CF_2—

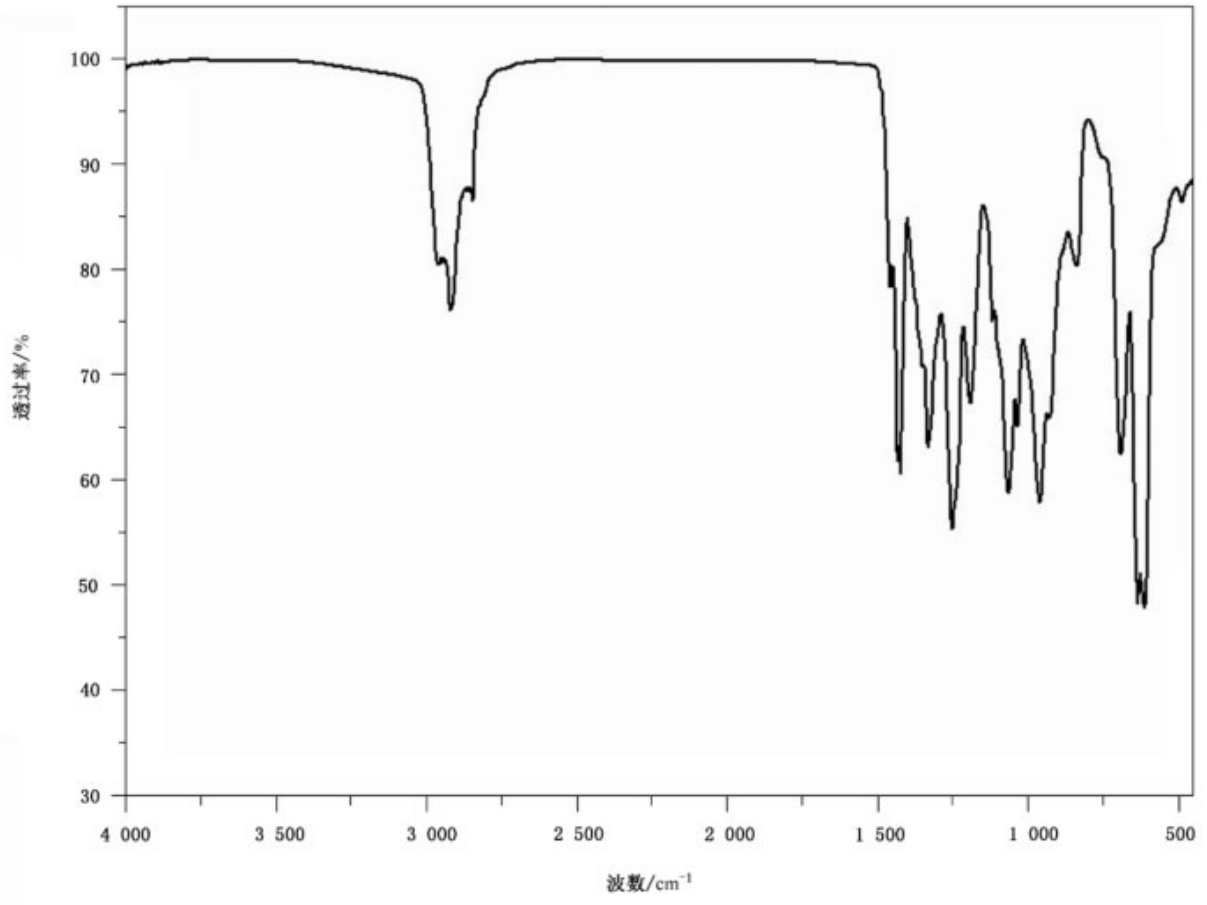

图 A.8　聚氯乙烯(PVC)的红外光谱图

表 A.8　聚氯乙烯(PVC)的吸收特性

波数 cm^{-1}	峰强度	相关结构
690,610	极强,双峰	—C—Cl
1 250	强	在—CH—Cl 中的 C—H
1 429	强	$—CH_2—$
1 333	中	在—CH—Cl 中的 C—H
1 100	中	—C—C—
962	中	$—CH_2—$
2 920	中	$—CH_2—$,C—H

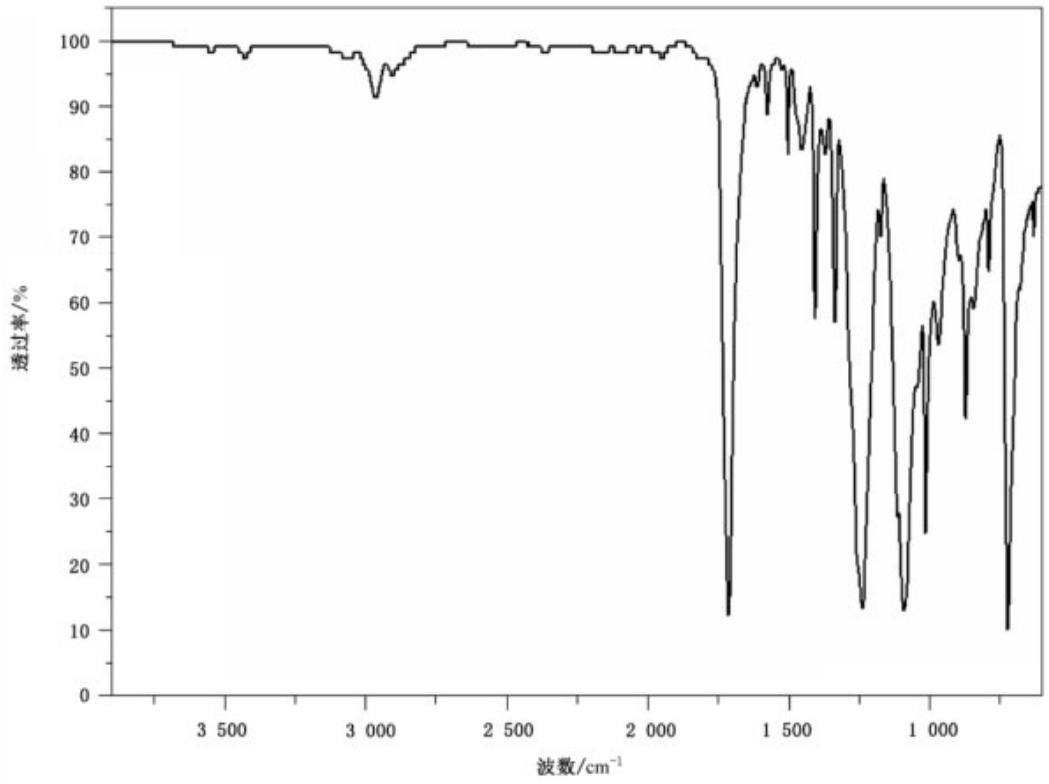

图 A.9　聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)的红外光谱图

表 A.9　聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)的吸收特性

波数 cm^{-1}	峰强度	相关结构
1 716	强	—C═O
1 241	强	—C—O—
724	强	—CH_2—
1 094	强	—C—O—
1 372	中	—CH_2—
1 410	中	C—H
1 613	弱	苯环
1 505	弱	苯环