

# 化粧品及個人清潔用品中含塑膠微粒材質之定性檢測方法草案

NIEA M907.01B

## 一、方法概要

本方法適用於粒徑小於 5 公釐 (Millimeter, mm) 以下之固體顆粒檢測。樣品以試劑水分散後，取一部分水樣，通過 5 mm 之篩網，再以孔徑 0.05 mm 濾片過濾，將殘留於濾片上之固體烘乾，以傅立葉轉換紅外線光譜儀 (Fourier transform infrared spectrometer, FTIR) 或拉曼光譜儀 (Raman spectrometer) 進行樣品定性分析。若上述固體經測定後非塑膠材質，則需再取樣品溶液以玻璃纖維濾紙過濾，乾燥後上機檢測。如需檢測更小粒徑之固體顆粒，得使用更小孔徑濾膜蒐集微粒後上機檢測。

## 二、適用範圍

本方法適用於粒徑範圍小於 5 mm 之化粧品及個人清潔用品中包括化粧品、個人清潔用品、磨砂膏、牙膏等固體顆粒之定性檢測分析。

## 三、干擾

- (一) 傅立葉轉換紅外線光譜儀背景量測時，應注意在波數  $2250\text{ cm}^{-1}$  至  $2450\text{ cm}^{-1}$  之間的 IR 吸收狀況。若有強烈吸收，表示設備光學系統或測試環境含有大量二氧化碳，在  $1300\text{ cm}^{-1}$  至  $1800\text{ cm}^{-1}$  及  $3500\text{ cm}^{-1}$  至  $3800\text{ cm}^{-1}$  為環境水氣干擾，將嚴重影響儀器的偵測靈敏度。
- (二) 化粧品及個人清潔用品中所添加之無機粉體與界面活性劑等，對紅外線光可能產生吸收干擾。
- (三) FTIR 測試時須要執行背景空白測試，扣除背景水氣、二氧化碳等干擾。
- (四) 因拉曼散射訊號會受螢光干擾，若樣品經過前處理後受螢光干擾嚴重，則不建議使用拉曼光譜進行分析。
- (五) 以拉曼光譜儀量測且有螢光干擾時，可以選用不同波長的雷射，來避免拉曼光譜範圍波段的螢光。
- (六) 拉曼光譜提高訊噪比的方法有二，第一種是提高雷射功率，另一種則是增長訊號的積分時間。然而若雷射功率過大使得樣品產生不可逆之破壞，則光譜無法呈現再現性。

#### 四、設備與材料

- (一) 標準物質：如聚苯乙烯等標準件。
- (二) 篩網：不鏽鋼材質、孔徑 5 mm (網目 4 mesh)。
- (三) 濾片：不鏽鋼材質、孔徑 0.05 mm(網目 325 mesh)。
- (四) 玻璃纖維濾紙：Whatman grade 934AH；Pall type A/E；Millipore Type AP-40；E-D Scientific Specialties grade 161 或同級品。
- (五) 濾膜：孔徑 0.45  $\mu\text{m}$ 。
- (六) 濾膜：孔徑 0.1  $\mu\text{m}$ 。
- (七) 洗滌瓶。
- (八) 玻璃瓶：體積約 500 mL。
- (九) 天平：可精秤至 0.01 g。
- (十) 烘箱：能控溫約在 40°C 至 50°C。
- (十一) 玻璃或金屬攪拌棒。
- (十二) 鑷子：金屬製。
- (十三) 錐形瓶：體積約 500 mL。
- (十四) 乾燥箱：電子式、乾燥皿或其他可達乾燥之功能者。
- (十五) 刮勺：金屬製。
- (十六) 圓盤：鋁箔材質。
- (十七) 過濾裝置：薄膜式過濾漏斗。
- (十八) 抽氣裝置。
- (十九) 傅立葉轉換紅外線光譜儀
  1. 具有衰減式全反射 (Attenuated Total Reflection, ATR) 偵測方式，ATR 晶體其適用波段須範圍涵蓋 550  $\text{cm}^{-1}$  至 4000  $\text{cm}^{-1}$ ，其他反射、穿透偵測方式亦可。
  2. 掃描波數至少涵蓋 550  $\text{cm}^{-1}$  至 4000  $\text{cm}^{-1}$ 。
  3. 波數解析度應  $\leq 4 \text{ cm}^{-1}$ 。
  4. 分析軟體具有圖譜比對功能並能分析個別圖譜之相似度者。
- (二十) 拉曼光譜儀

1. 含至少 1 組雷射光源，且搭配適合該雷射光源之分光光柵 (grating) 及濾光片 (filter)，雷射最大輸出功率須達 10 mW。
2. 光譜範圍至少涵蓋  $500\text{ cm}^{-1}$  至  $3200\text{ cm}^{-1}$ 。
3. 分析軟體具有圖譜比對功能並能分析個別圖譜之相似度者。

## 五、試劑

試劑水：不含干擾物質之去離子水。

## 六、採樣與保存

樣品依包裝形式直接採集，於室溫下保存。

## 七、步驟

### (一) 樣品前處理：

1. 取約 1 g 至 10 g 的樣品放入玻璃瓶中，加入約 200 mL 試劑水，混合均勻。
2. 將上述溶液約 100 mL 倒入孔徑 5 mm 篩網，收集濾液於錐形瓶中。如微粒明顯小於 5 mm 時，可忽略此步驟。
3. 將收集濾液倒入裝有孔徑 0.05 mm 濾片之過濾裝置，過濾完成後以試劑水清洗濾片數次。
4. 蒐集過濾後之固體顆粒於鋁箔圓盤上，並將其移入烘箱中以低於  $50^{\circ}\text{C}$  之溫度乾燥約 30 分鐘，以去除殘留水分。乾燥後之樣品保存在乾燥箱中。
5. 若步驟 4 之乾燥固體顆粒經上機分析，判定為非塑膠材質，再取七、(一) 1. 溶液約 100 mL 倒入裝有玻璃纖維濾紙之過濾裝置，過濾完成後以試劑水清洗濾片數次。
6. 將玻璃纖維濾紙置於鋁箔圓盤上，移入烘箱中以低於  $50^{\circ}\text{C}$  之溫度乾燥約 30 分鐘，以去除殘留水分。乾燥後之樣品保存在乾燥箱中。
7. 如需檢測更小粒徑之固體顆粒，得使用更小孔徑濾膜蒐集微粒。

### (二) 樣品上機

樣品定性分析，可採用傅立葉轉換紅外線光譜儀或拉曼光譜儀測定。

#### 1. 傅立葉轉換紅外線光譜儀測定步驟：

- (1) 分析前，須先確認儀器的狀態是否正常，依不同廠牌儀器之操

作程序校正後再開始分析。

- (2) 掃描範圍在  $550\text{ cm}^{-1}$  至  $4000\text{ cm}^{-1}$ 。
- (3) 當以衰減式全反射掃描方式進行掃描時，注意須以適當溶劑清潔探測頭與偵測區後再進行量測，以免上一個樣品殘留造成干擾。
- (4) 樣品之圖譜可適當扣除背景，以得到較佳訊雜比圖譜。
- (5) 將前述步驟所測得之圖譜與資料庫進行比對，需要時可使用標準物質自建資料庫，常用塑膠之傅立葉轉換紅外線光譜圖如圖一至圖五。
- (6) 含塑膠微粒之市售洗面乳經傅立葉轉換紅外線光譜儀判定為聚乙烯材質範例如圖十一。

## 2. 拉曼光譜儀測定步驟(註)：

- (1) 分析前，須先確認儀器的狀態是否正常，依不同廠牌儀器之操作程序校正儀器後再開始分析。
- (2) 掃描範圍在  $550\text{ cm}^{-1}$  至  $3200\text{ cm}^{-1}$ 。
- (3) 雷射光強度：依據訊號強度與樣品特性進行調整，建議強度大於  $1\text{mW}$ ，以獲取較佳訊雜比。
- (4) 積分時間：依據訊號強度調整積分時間，建議約為 1 秒至 30 秒之間。
- (5) 所得拉曼圖譜，必要時利用軟體進行扣背景處理後，再進行圖譜比對分析。
- (6) 將前述步驟所測得之圖譜與資料庫進行比對，需要時可使用標準物質自建資料庫，常用塑膠之拉曼光譜圖如圖六至圖十。
- (7) 含塑膠微粒之市售洗面乳經拉曼光譜儀判定為聚乙烯材質範例如圖十二。

3. 若樣品之傅立葉轉換紅外線光譜圖約  $2962\text{ cm}^{-1}$  或拉曼光譜圖約  $888\text{ cm}^{-1}$  有疑似合成蠟之波峰訊號，需使用其他熔點判斷儀器如示差掃描熱分析(Differential scanning calorimetry, DSC)或其他材質鑑定儀器如熱裂解氣相層析質譜儀等進行確認。

## 八、結果處理

傅立葉轉換紅外線光譜儀或拉曼光譜儀檢出相似度須等於或大於

80%以上，且確認該檢出材質之波數與峰形存在方可判定其材質。

#### 九、品質管制

略。

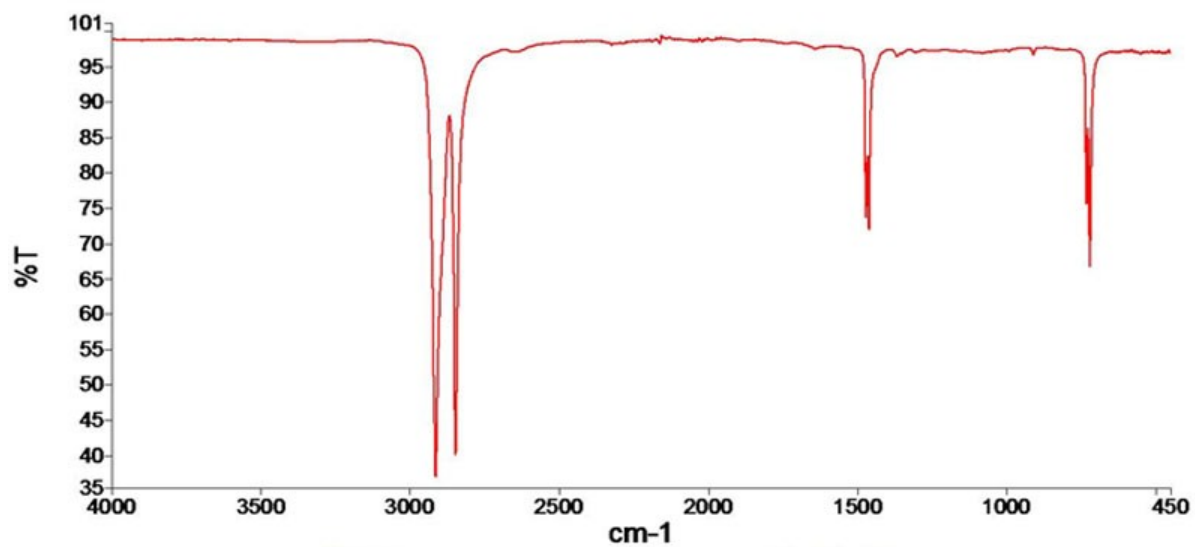
#### 十、精密度與準確度

略。

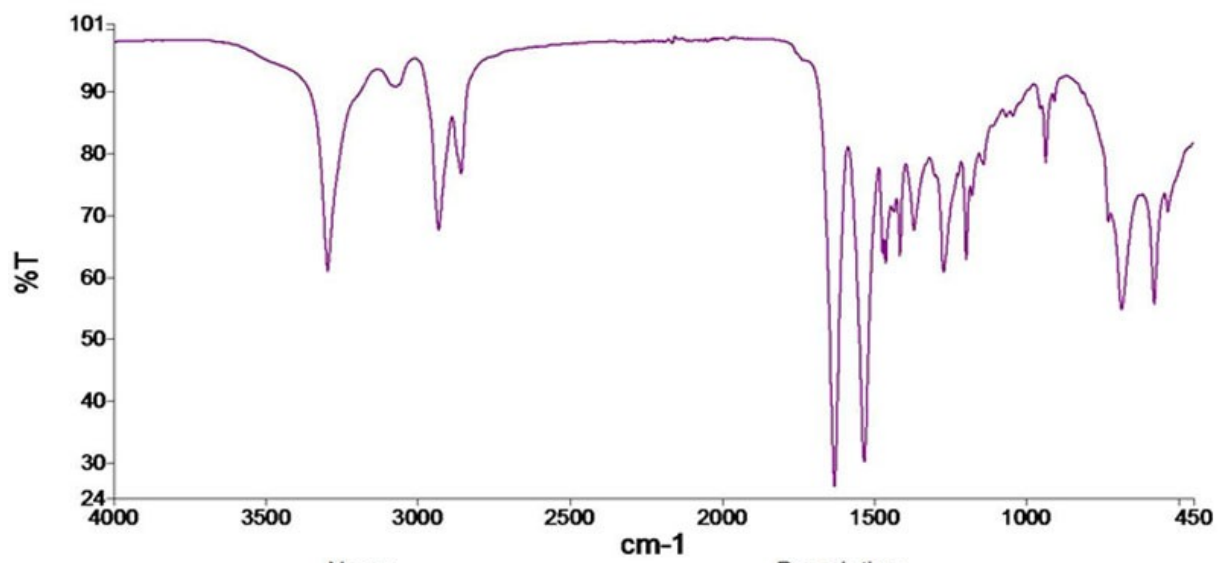
#### 十一、參考資料

- (一) ASTM D2124 - Standard Test Method for Analysis of Components in Poly ( Vinyl Chloride ) Compounds Using an Infrared Spectrophotometric Technique.
- (二) ASTM E1421 - Standard Practice for Describing and Measuring Performance of Fourier Transform Mid-Infrared (FT-MIR) Spectrometers: Level Zero and Level One Tests.
- (三) ASTM D3677 - Standard Test Methods for Rubber—Identification by Infrared Spectrophotometry.
- (四) 行政院環境保護署，塑膠材質之聚氯乙烯定性篩檢方法 NIEA M906.00B，民國 104 年。
- (五) 行政院環境保護署，研析容器附件含聚氯乙烯 (PVC) 檢測方法計畫 (EPA-102-HA14-03-A197)，民國 102 年 7 月。
- (六) Microbeads in toiletries: method 445.0. Canada, 2018
- (七) Intentionally added microplastics in products, European Commission (DG Environment), 2017

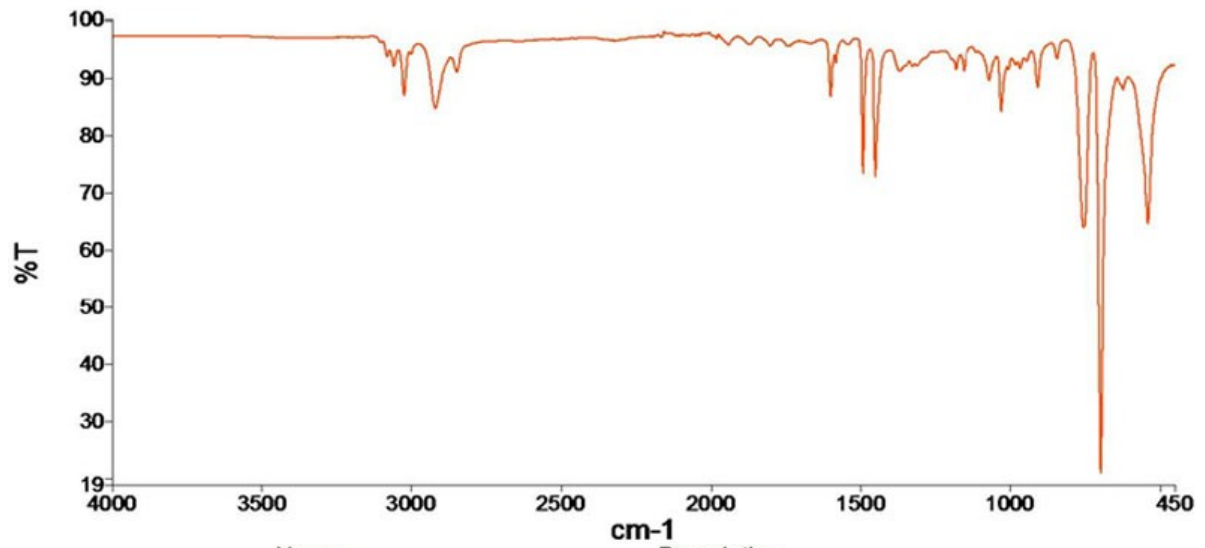
註：操作人員須注意雷射操作安全。



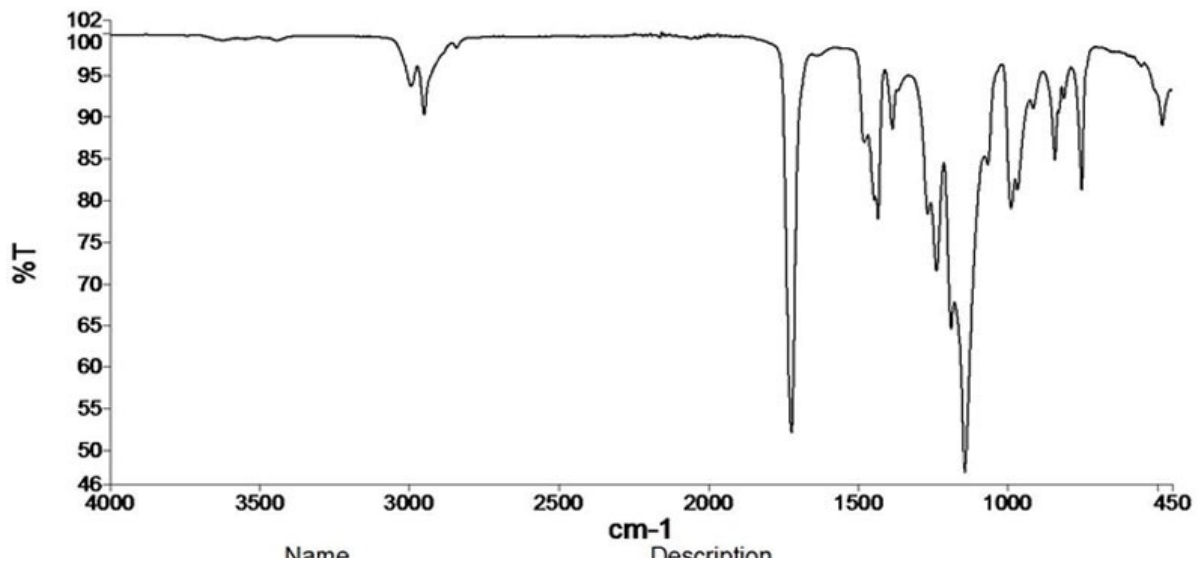
Name Description  
 圖一 聚乙烯 (Polyethylene, PE) 之 IR 參考圖譜



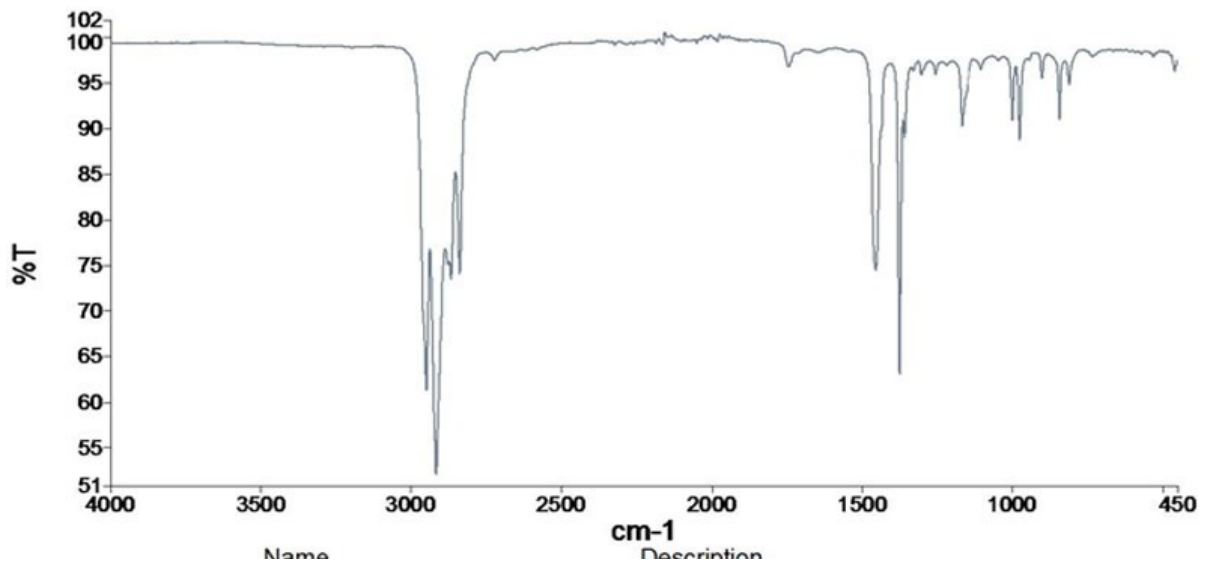
Name Description  
 圖二 尼龍 (Nylon) 之 IR 參考圖譜



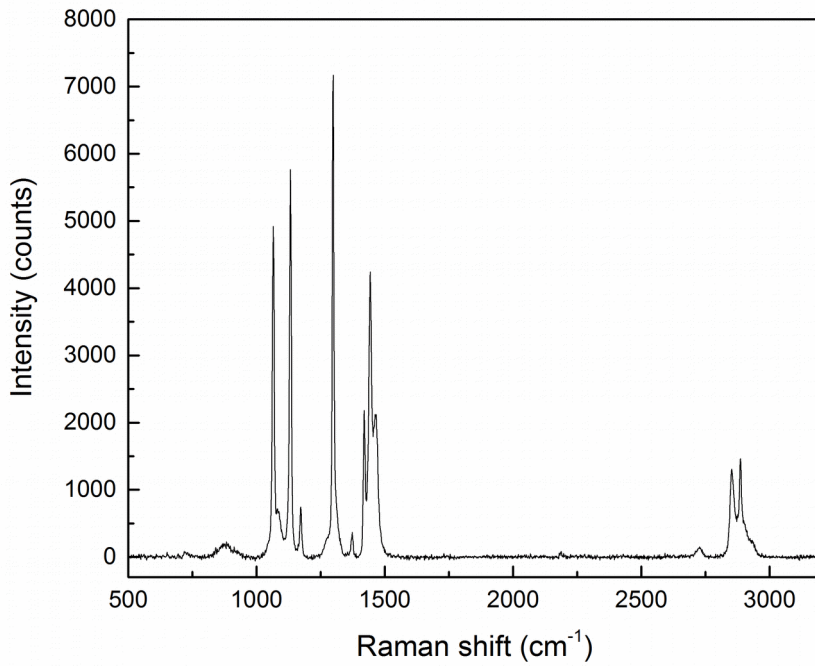
圖三 聚苯乙烯 (Polystyrene, PS) 之 IR 參考圖譜



圖四 聚甲基丙烯酸甲酯 (Polymethyl methacrylate, PMMA) 之 IR 參考圖譜

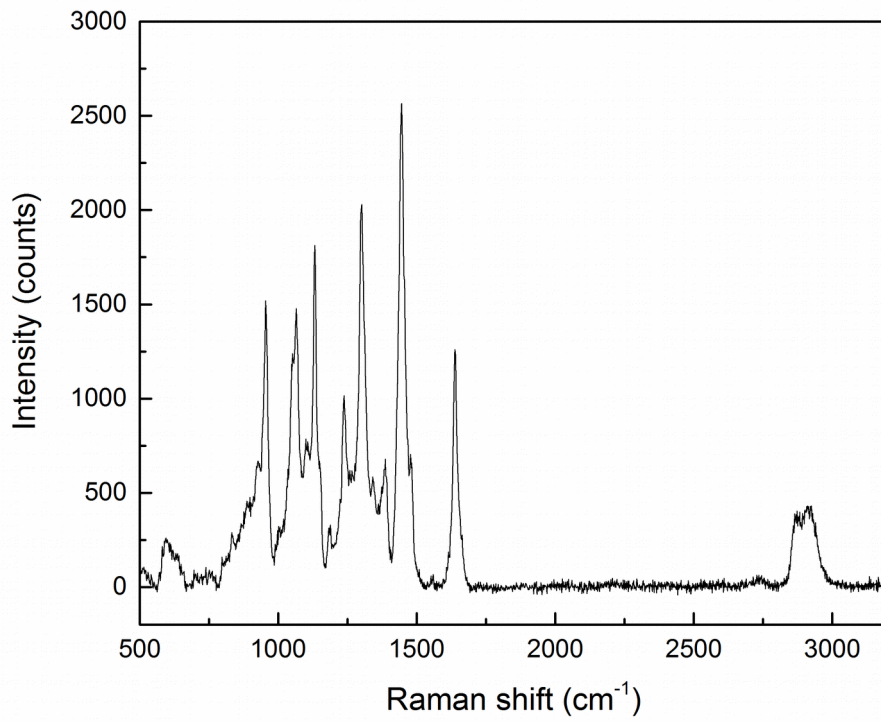


圖五 聚丙烯 (Polypropylene, PP) 之 IR 參考圖譜

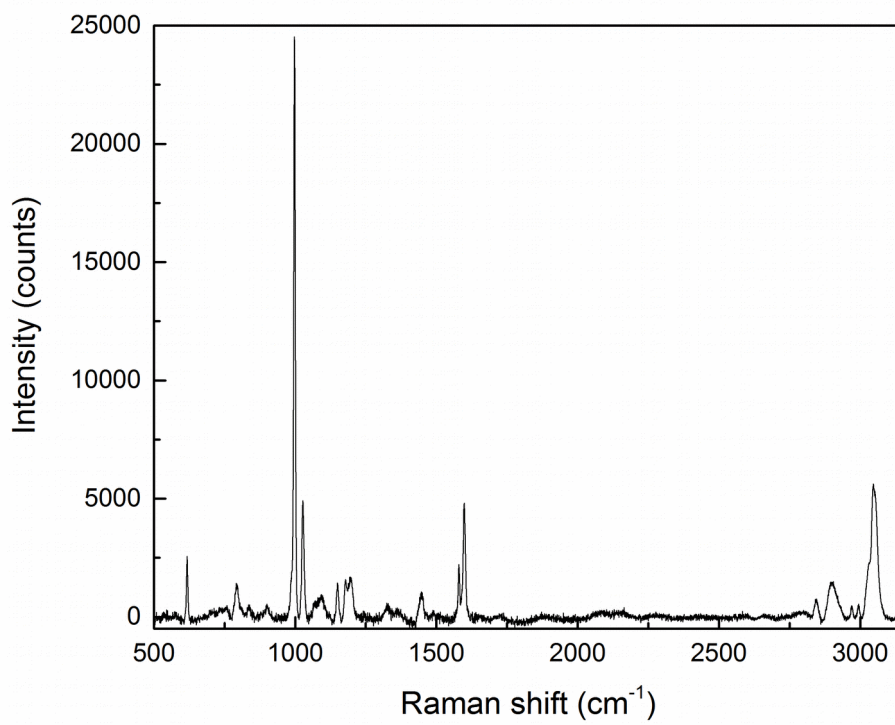


圖六 聚乙烯 (PE) 拉曼參考圖譜

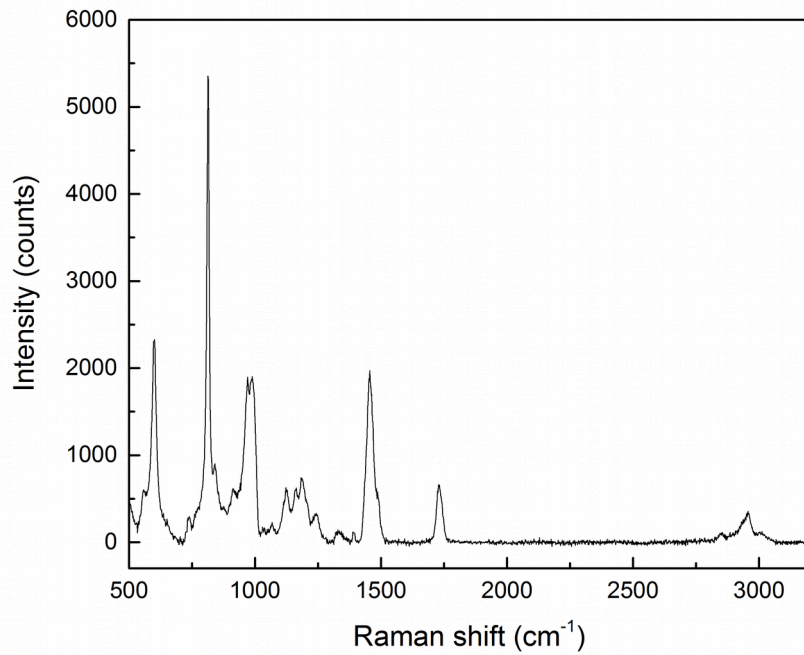




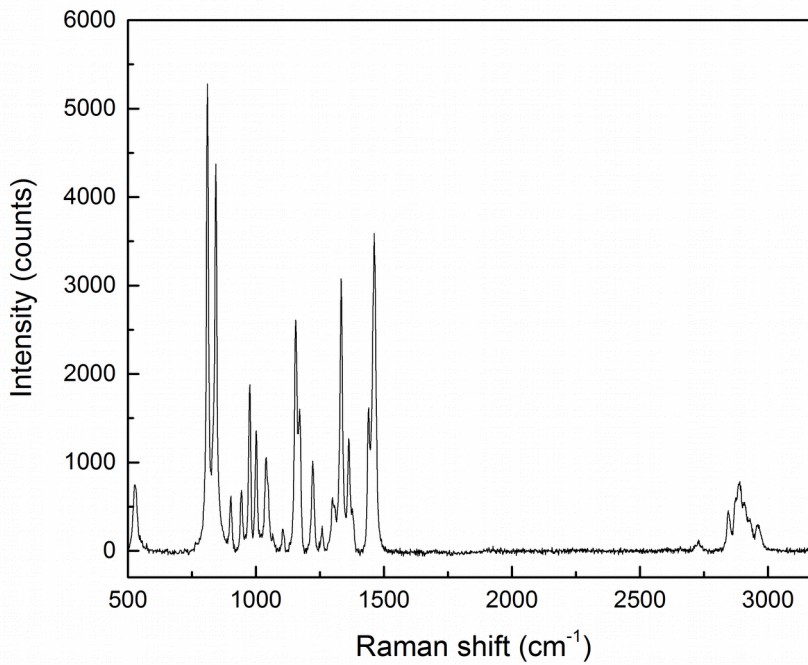
圖七 尼龍 (Nylon) 拉曼參考圖譜



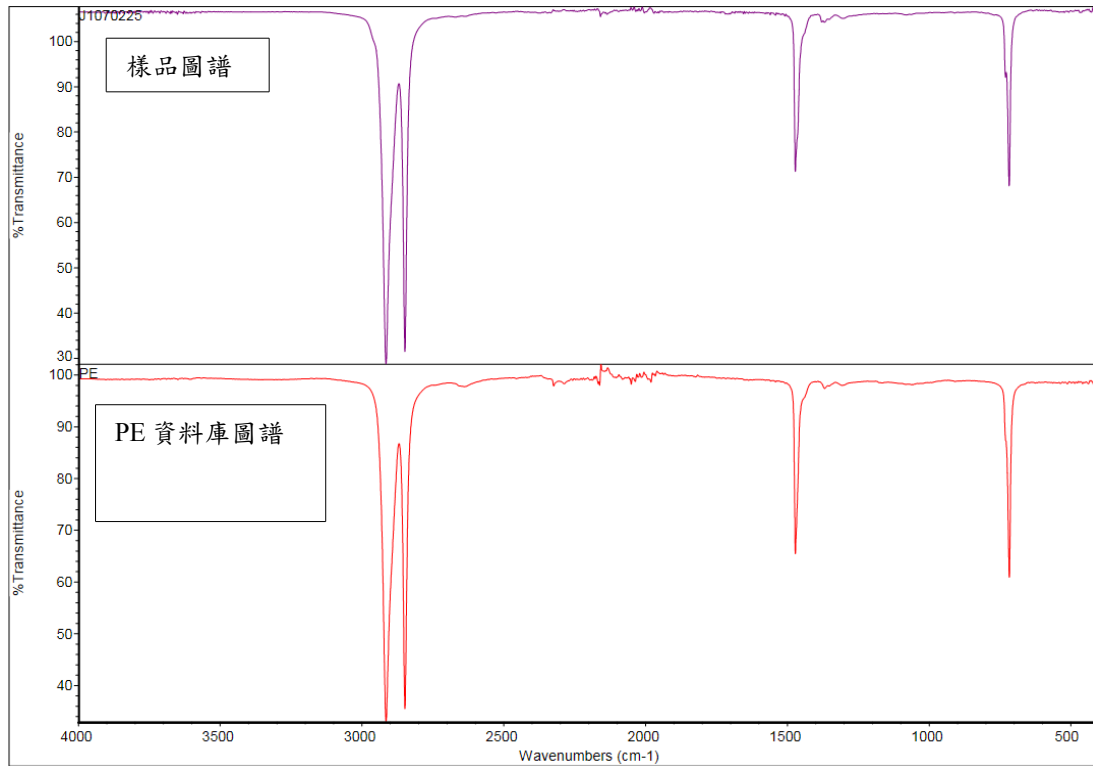
圖八 聚苯乙烯 (PS) 拉曼參考圖譜



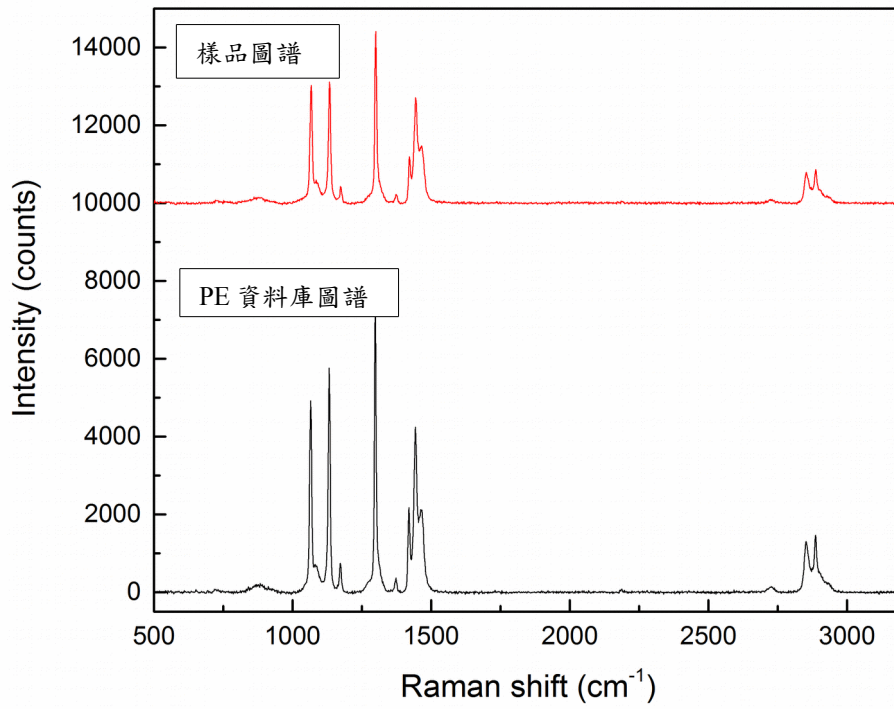
圖九 聚甲基丙烯酸甲酯 (PMMA) 拉曼參考圖譜



圖十 聚丙烯 (PP) 拉曼參考圖譜



圖十一 含塑膠微粒之市售洗面乳經傅立葉轉換紅外線光譜儀判定為聚乙烯材質範例



圖十二 含塑膠微粒之市售洗面乳經拉曼光譜儀判定為聚乙烯材質範例