

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

T/

团 体 标 准

T/XXX XXXX—XXXX

海洋环境中微塑料检测 傅立叶变换显微红 外光谱法

Determination of microplastics in marine environment - micro-fourier transform
infrared spectroscopy

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国海洋学会 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。

本文件由温州大学、城镇水污染生态治理技术国家地方联合工程研究中心提出。

本文件由中国海洋学会归口。

本文件起草单位：温州大学、城镇水污染生态治理技术国家地方联合工程研究中心、温州医科大学、生态环境部太湖流域东海海域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心、浙江省海洋科学院。

本文件主要起草人：吕宝强、王欣宇、商栩、刘星、刘鹏霞、熊李虎、王煜鹏、虞俊一、章浩文、郑向勇、赵敏。

海洋环境中微塑料检测 傅立叶变换显微红外光谱法

1 范围

本标准规定了利用傅立叶变换显微红外光谱法检测海洋环境中微塑料的方法原理、药品试剂、仪器设备、样品采集、上机检测与结果判定等。

由于采样工具或样品处理工具的原因，海水中微塑料检测最小长度0.33 mm，海洋沉积物和海洋生物体中微塑料检测最小长度0.074 mm。

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 17378	海洋监测规范
GB/T 12763	海洋调查规范
HJ 442	近岸海域环境监测技术规范
HJ 168	环境监测分析方法标准制订技术导则
DB 21/T2751-2017	海水中微塑料的测定 傅立叶变换显微红外光谱法
DB 37/T 4323-2021	海水增养殖区环境微塑料监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 微塑料 microplastics

长度小于或等于5 mm的塑料碎片、纤维或颗粒等。

3.2 微塑料丰度 abundance of microplastics

单位面积、质量或个体中微塑料的个数。

[来源：DB21/T2751-2017，3.2，有修改]

3.3 原始样 raw sample

现场采集的初始样品。

[来源：GB17378.2-2007，3.1]

3.4 分析样 analytical sample

需要经过预处理，才能进入测定的样品。

[来源：GB17378.2-2007，3.2]

3.5 空白试验 blank test

指对不含待测物质的样品，用与实验室样品同样的操作步骤进行的试验。对应的样品称为空白样品，简称空白。

[来源：HJ 168-2020，3.16]

3.6 平行样 parallel sample

独立取自同一个样本的两个以上的样品。

[来源：GB17378.2-2007，3.3]

4 方法原理

本文件使用傅立叶变换显微红外光谱仪对海水、海洋沉积物、海洋生物体中的微塑料进行检测。原始样经过实验室处理后去除了生物干扰和物理干扰，将目标物抽滤到微孔滤膜上。首先使用体视显微镜观察滤膜上的目标物，记录目标物的大小、颜色及形状。随后使用傅立叶变换显微红外光谱仪对滤膜上

的目标物进行上机检测。将采集到的目标物红外光谱图与标准谱图对比，对目标物进行定性分析，判定其是否为塑料。最后，确定原始样中微塑料的种类和数量。

5 试剂及配制方法

本文件中所用的试剂，除非另有规定，均使用分析纯试剂；水为超纯水或等效纯水。

5.1 波长标准物质：聚苯乙烯（PS）。

5.2 微塑料标准品：

聚乙烯（PE）：粒径100 μm 、500 μm 、3 mm；

聚苯乙烯（PS）：粒径100 μm 、500 μm 、3 mm；

聚氯乙烯（PVC）：粒径100 μm 、500 μm 、3 mm。

5.3 过氧化氢（ H_2O_2 ）：30%。

5.4 无水乙醇。

5.5 超纯水：电阻为18.2 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

5.6 液氮。

5.7 氯化锌溶液（ $\rho \geq 1.35 \text{ g/cm}^3$ ）：取500 g氯化锌固体溶解于510 mL超纯水中，冷却后，经玻璃纤维滤膜（孔径3 μm ）过滤后使用。

5.8 稀盐酸溶液：取9 mL浓盐酸（质量分数约为37%），加超纯水定容到1 L。

5.9 10%氢氧化钾溶液：取100 g氢氧化钾固体加入到800 mL超纯水中，充分搅拌使溶解，冷却后定容至1 L，经玻璃纤维滤膜过滤后使用。

6 仪器和设备

6.1 样品采集设备

调查船：采用专业调查船或适于在调查海域作业且条件良好的渔船；

微塑料拖网：网口尺寸120 cm*60 cm，网衣长200 cm，网衣孔径333 μm ，配2个直径28 cm的圆形浮球；

流量计：测量滤水量的装置，使用时安装于微塑料拖网的网口中，通过水流驱动其叶轮转动，由记录器记录转数，经换算求出滤水量。流量计使用前须经过标定，每航次标定1次；

采泥器：张口面积25 cm*25 cm；

采样框：面积25 cm*25 cm；

游泳动物调查专用底层拖网：拖网规格符合GB/T 12763.6-2007的规定；

辅助设备：定位仪、绞车、接样盘（木质或不锈钢质）、水泵、水桶、玻璃广口瓶（1000 mL）、铁铲、不锈钢桶、低温保存箱等。

6.2 样品制备设备

玻璃纤维滤膜：直径50 mm，孔径3 μm ；

不锈钢试样筛：符合GB/T6003.1规定，直径100 mm，网孔直径74 μm （200目）；

电热恒温水浴锅：温控范围 ~ 100 $^{\circ}\text{C}$ ，控温精度 ± 2 $^{\circ}\text{C}$ ；

抽滤装置：包括滤器、支架、抽滤瓶和真空泵；

天平：感量0.01 g和0.001 g的电子天平各1台；

烘箱：温控范围40 \sim 200 $^{\circ}\text{C}$ ，控温精度 ± 2 $^{\circ}\text{C}$ ；

干燥器；

烧杯：500 mL，250 mL，100 mL；

玻璃培养皿：直径60 mm；

塑料洗瓶：500 mL；

量筒：500 mL，100 mL；

锥形瓶：250 mL；

卷尺：精确到0.1 cm；

带盖聚四氟乙烯盒：直径 ≥ 4 cm，高 ≥ 2 cm；

手术刀；

解剖剪刀；
 不锈钢刮片；
 不锈钢托盘；
 无齿不锈钢镊子；
 铝箔等。

6.3 样品检测设备

6.3.1 傅立叶变换显微红外光谱仪

傅立叶变换显微红外光谱仪，配有MCT检测器、金刚石压片模具、标准谱图库。

6.3.2 体视显微镜

放大倍数不低于40倍。

6.3.3 辅助设备

马弗炉：温控范围 \sim 1000 $^{\circ}$ C；

4 $^{\circ}$ C冰箱；

-20 $^{\circ}$ C冰箱；

不锈钢针；

尖头镊子；

酒精棉球；

洗耳球。

7 样品采集、运输和保存

样品采集、贮存和运输符合GB 17378.3的规定。采样前根据调查要素、站位数等计算采样数量，准备相应的器材。现场采样时详细记录采样位置、采样深度、采样日期、天气、船速、海况等信息，并填写采样记录（表1、表2）及标签。生物样品采集遵循《中华人民共和国野生动物保护法》等相关法律。

7.1 表层海水样品采集

7.1.1 放网

使用微塑料拖网采集海水样品。将流量计固定在微塑料拖网网口，记录初始转数，在距标准站位位置1 km \sim 2 km处放网，临放网前要准确测定船位置。

7.1.2 拖网

拖网时要尽可能保持拖网方向朝着标准站位，拖网船速1.5 kn，拖网置于水面下10 cm \sim 50 cm，拖网时间10 min \sim 60 min。拖网期间注意观察拖网状态和周围船只动态等，若出现不正常拖网或航行安全风险时，应调整拖网状况或立即起网。近岸海域拖网时间可控制在10 min \sim 20 min，大洋或微塑料浓度较低的海域拖网时间可延长至60 min。

7.1.3 起网

先降低船速然后起网，临起网前准确测定船位置。拖网出水后记录流量计转数。如遇破网等异常情况导致所获物大量减少时，应重新拖网。

7.1.4 冲网

将拖网吊起升至适当高度，用冲水设备自上而下反复冲洗网衣外表面（切勿使冲洗的海水进入网口），使粘附在网上的样品集中于网底管内。将网收入甲板，开启网底管活门，把样品装入广口瓶，再关闭网底管活门，冲洗网底管筛绢套，如此反复3次以上，直至将样品全部收集到广口瓶内。

7.2 海洋沉积物样品采集

7.2.1 海滩沉积物采集

在海滩的高潮区设置5个样方，样方位置的确定可用标志绳索法，即每隔5 m设1个标志，将绳索在高潮区平行于高潮线拉直，绳索标志的位置即为样方位置。在样方位置按下沉积物采样框（面积25 cm \times 25 cm），使用铁铲刮取表层0 cm \sim 2 cm沉积物，将5个样方的样品装入1个不锈钢桶中，混匀，样品总质量不少于2 kg。

7.2.2 海底沉积物采集

使用采泥器采集海底沉积物。将采泥器与钢丝绳末端连接好，检查是否牢固。慢速启动绞车，提起已张口的采泥器，用手扶稳慢速放入水中，稳定后常速放至离底3 m \sim 5 m，再全速放入海底，然后慢速

提升采泥器，离底后快速提升；将采泥器移入甲板，降至接样盘上，打开采泥器耳盖，倾斜采泥器使上部水缓缓流出，用木勺刮取上部0 cm~2 cm的沉积物。样品重量不少于2 kg，如一次采样量不足，应在同一位置多次采集，混匀。

7.3 生物样品采集

7.3.1 放网

使用游泳动物调查专用底层拖网采集生物样品。在距标准站位位置1 km~2 km时放网，拖曳20 min~60 min，临放网前要准确测定船位。

7.3.2 拖网

拖网时要尽可能保持拖网方向朝着标准站位，注意周围船只动态和调查船的拖网是否正常等，若出现不正常拖网时，应视其情况改变拖向或立即起网。

7.3.3 起网

起网前准确测定船位置，如遇严重破网等重大事故导致所获物大量减少时，应重新拖网。

7.3.4 样品挑选

采集到的生物样品用现场海水清洗，挑选渔获物中主要的鱼类、贝类生物物种，每个种类的样品选择体长相近、足够数量的个体。将鱼类样品、贝类样品分别存放于洁净的金属或玻璃容器中，然后保存于冷藏箱中。

7.5 样品运输和保存

7.5.1 样品运输

采集后的原始样及时送至实验室，运输过程中防止破损和沾污。生物样品在运输过程中保持低温，防止腐坏。

7.5.2 样品保存

对原始样的接收、贮存、标识、运输及流转等过程减少人为污染，所用的辅助工具须为非塑料制品。原始样保存在清洁的金属或者玻璃容器中，非生物样品4 ℃保存，生物样品-20 ℃冷冻保存。

8 样品检测

8.1 通则

样品检测包括样品前处理和样品测定。样品前处理过程包括浮选和消解，若样品中杂质较多，应增加处理手段。样品测定包括显微镜下的计数与挑样，傅里叶显微红外光谱仪上机检测。

为消除测试误差，从每个原始样中取3个分析样，3个分析样的平均值作为最终检测结果。

8.2 海水样品前处理

8.2.1 称量

将原始样摇匀，测定总体积，用量筒量取水样（50 mL~100 mL）3份，置于锥形瓶中作为分析样。填写记录表3。

8.2.2 消解

按照分析样体积（100 mL）的10%加入氢氧化钾颗粒（10 g），搅拌使溶解，用铝箔覆盖瓶口，在水浴锅中60 ℃消解4 h以上，直至消解完全。

若分析样中含有生物，将体长超过2 cm的生物挑出，在试验筛（200目）上用超纯水将生物表面冲洗干净，试验筛中截留的物质用不锈钢刮板全部转移到分析样中，用超纯水小心冲洗试验筛内部，冲洗液和分析样合并，合并后的溶液作为分析样进行消解。

8.3 海洋沉积物样品前处理

8.3.1 含水率测定

称取约20 g左右沉积物样品放入已恒重的带盖聚四氟乙烯盒中，均匀铺于底部，注意勿将样品沾在盒口处，105 ℃烘箱中干燥6 h，取出后在干燥器中冷却到室温，称重。105 ℃烘箱继续干燥2 h以上，直至恒重，两次称量的差值用于计算沉积物含水率。填写记录表3。

8.3.2 浮选

若样品是沙样，取60 ℃烘干后的沙样（100 g左右）置于烧杯中，加入氯化锌溶液400 mL，搅拌均匀，静置10 min，上清液用试验筛过滤，过滤出的浮选液再次加入到烧杯中，搅拌均匀，静置10 min，

上清液用试验筛过滤，重复以上步骤不少于5次。用超纯水多次淋洗试验筛，直至冲洗干净浮选盐。氯化锌溶液用玻璃纤维滤膜过滤后可重复使用。

若样品是泥样，则将新鲜的泥样（100 g左右）转移至试验筛中，将试验筛底部置于超纯水中进行漂洗，直至洗净试验筛中的泥沙。用不锈钢刮片将试验筛中物质转移到烧杯中，用400 mL氯化锌溶液冲洗试验筛内壁，冲洗液全部转移到烧杯中，搅拌30 s，静置10 min，上清液用试验筛过滤，过滤出的浮选液再次加入到烧杯中，重复以上步骤不少于5次。

若试验筛上出现白色沉淀，可先用稀盐酸溶液淋洗试验筛，直到白色颗粒全部溶解，再用超纯水冲洗掉试验筛上残留的盐酸。

8.3.3 消解

用不锈钢刮板将试验筛中截留的目标物转移到烧杯（250 mL）中，使用100 mL过氧化氢（30%）将试验筛内壁和刮板冲洗干净（过氧化氢有强腐蚀性，冲洗过程中需做好防护），冲洗液全部转移到烧杯中，用铝箔覆盖，置于水浴锅中60 °C水浴12 h。

8.3.4 复杂品的处理

若分析样中有较多的树枝或木屑等杂质，首先挑出分析样中的大个体杂质（长度超过1 cm），再加入400 mL 95%乙醇溶液，搅拌1 min，沉淀5 min，收集沉淀进行步骤8.3.2~8.3.3。

8.4 海洋生物样品前处理

8.4.1 样品测量

将冷冻的海洋生物样品在室温下覆盖铝箔解冻、洗净、沥干，取规格相近的同类样品测量每个生物个体的体长、体重。

体长：鱼类自吻端至尾鳍末端的长度，贝类：测量贝壳最长两点间的距离。

体重：待测生物个体的全重。

8.4.2 样品制备

生物样品解剖在不锈钢托盘上进行，避免接触塑料制品。

鱼类样品制备：将鱼类样品沥干后置于洁净的不锈钢托盘上，用手术刀切开鱼腹部，小心取出鱼消化道，称重。

贝类：一手固定贝类，一手将手术刀插入壳缝内割断闭壳肌，然后掰开壳，用镊子取出软组织，将软组织内的液体沥干后称重。填写记录表4。

8.4.3 消解

收集鱼类消化道内容物转移到锥形瓶中，鱼类消化道剪成小于0.5 cm的小段，加入锥形瓶中；贝类软组织剪成小于0.5 cm的小段，放入锥形瓶中。按照样品重量（g）的5倍加入10%氢氧化钾溶液（mL），置于水浴锅内60 °C水浴4 h以上，直至消解完全。

8.5 抽滤

用玻璃纤维滤膜（直径50 mm，孔径3 μm）对海水样品、沉积物样品、生物体样品的消解液进行抽滤，消解液抽滤完全后继续使用不少于500 mL的超纯水反复冲洗消解容器和抽滤杯内壁，使所有物质都冲洗到滤膜上，然后用不锈钢镊子小心将滤膜取下，避光保存在玻璃培养皿中待上机检测。

8.6 空白试验

在样品采集、运输、保存、取样、浮选、消解、抽滤、上机检测等操作过程中，按与样品相同的操作步骤进行空白试验，用来检查样品从采集到分析全过程是否受到污染。如果发现存在污染，应查明污染源并进行消除。

8.7 样品测定

8.7.1 镜检

使用体视显微镜对玻璃纤维滤膜上的微塑料疑似物进行识别、拍照，测量长度（记录最长边）、记录颜色、统计数量，填写记录表5。

8.7.2 金刚石压片

先用酒精棉球和擦镜纸对金刚石窗片进行清洁，然后将一片金刚石窗片放置到金刚石载物板窗口处，小心将玻璃纤维滤膜上的微塑料疑似物用镊子和针转移到金刚石窗片中间，装入红色O圈，盖上另一片金刚石窗片，盖上盖子，盖子上的红点与金刚石载物板上的红点对齐，顺时针旋转，使模具压紧，在显微镜下可看到样本被压扁平。放置1 min，松开金刚石模具，取下有样品的一片窗片放入载物板中，有样品的一面朝上，将载物板装入载物台，准备上机测试。

金刚石压片检测完成后对金刚石窗片进行清洁，以备下次使用。

8.7.3 上机检测

仪器设置：首先添加液氮到红外光谱仪液氮罐中，冷却MCT检测器至少15 min。打开测试软件选择透射模式，点击红外能量按钮，查看仪器信号值，点击优化聚光器，优化光路。

谱图采集：移动载物台，使用屏幕上调节按钮升降载物台，使光路对准金刚石窗口处，找到样品并聚焦，点击优化聚光镜优化光路，直到清晰显现出待测样品。移动按钮将光阑移动到空白处，点击扫描背景，然后将光阑移动到样品处，采集样品的红外光谱。可根据样品实际情况对样品的不同区域进行多次扫描。

8.7.4 谱图分析

将采集到的红外特征光谱扣除背景、校正后即为该物质的红外光谱图，将其与标准谱图库进行检索分析，根据检索结果分析塑料种类。

比对结果相似度超过70%即可判定为相应的物质。

9 质量控制

9.1 环境条件控制

9.1.1 实验开始前对所用的容器和器具进行彻底清洁，洗涤剂洗涤，自来水冲洗干净，再用超纯水冲洗3遍以上，口朝下晾干备用；实验室地面、台面清理干净。

9.1.2 实验进行过程中门窗应关闭。

9.1.3 玻璃纤维滤膜使用前450 °C加热 5 h。

9.1.4 实验中所用的溶液先经玻璃纤维滤膜过滤后使用。

9.1.5 操作人员穿戴纯棉衣服和实验服，操作过程中所用容器均用铝箔封口。

9.1.6 每批实验设置全过程空白对照，检查样品从采样到分析全过程是否受到污染，若结果表明存在不可忽略的污染，应查明污染来源并进行消除。

9.1.7 浮选完成后将浮选盐冲洗干净后才能进行下个步骤。测定样要用超纯水冲洗干净。

9.1.8 傅立叶变换红外光谱仪定期进行波长校准。

9.2 精密度实验

精密度验证根据HJ 168-2020实验室加标空白法进行测定。制备和分析3个实验室加标空白的平行样。选用的微塑料标准为聚乙烯、聚苯乙烯和聚氯乙烯，每种微塑料包含100 μm、500 μm、3 mm三种粒径，每类微塑料丰度为100个/L，按照规定的操作步骤进行定量和定性分析。计算不同微塑料组分的回收率和相对标准偏差。回收率应在80%~110%之间，相对标准偏差应小于10%。

10 微塑料丰度计算

10.1 海水微塑料丰度

(1) 滤水量计算

根据流量计的转数（r）计算网采样品采样时的滤水量：

$$V_L = n \frac{S \times D}{n_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

式中

V_L ——滤水量（ m^3 ）

n ——实际采样时流量计的转数（r）

S ——拖网网口面积（ m^2 ）

D ——流量计标定时平均拖曳距离（m）

n_0 ——流量计标定时平均转数（r）

(2) 微塑料丰度计算

$$N = \frac{A \times a}{V_L} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

N ——水中微塑料的平均丰度（个/ m^3 ）

A ——微塑料目标物总数

a ——样品总体积与检测总体积之比

V_L ——滤水量（ m^3 ）

10.2 沉积物微塑料丰度

10.2.1 含水率

$$W = \frac{X_i - X_E}{X_i} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

W ——沉积物含水率%

X_i ——湿重g

X_E ——干重g

10.2.2 微塑料丰度计算公式1

$$N_1 = \frac{A}{Q \times (1 - W)} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

N_1 ——微塑料丰度（个/kg）

A ——样本中微塑料平均数量（个）

Q ——沉积物检测样品的质量（湿重）（kg）

W ——沉积物样品的含水率%

10.2.3 微塑料丰度计算公式2

$$N_2 = \frac{A \times Q_T}{M \times Q} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

N_2 ——微塑料丰度（个/ m^2 ）

A ——样本中微塑料平均数量（个）

Q ——沉积物检测样品的质量（湿重）（kg）

Q_T ——沉积物样品总重量（kg）

M ——取样面积（ m^2 ）

10.3 海洋生物微塑料丰度

$$N = \frac{A}{M} \dots\dots\dots (6)$$

式中：

N ——微塑料密度（个/个或个/kg样品）

A ——微塑料平均数量（个）

M ——生物体数量或质量（个或kg）

附 录 A
(资料性)
浮选液密度测定方法

取洁净的100 mL量筒称重，去皮，加入浮选溶液100 mL，称重，浮选液质量（g）除以100 mL即为浮选液密度（g/cm³）。

附录 B

(资料性)

海洋环境中微塑料检测报告内容与格式

B.1 文本格式

B.1.1 文本规格

报告文本外形尺寸为A4(210 mm×297 mm)

B.1.2 封面格式

报告封面格式如下

第一行书写：X X X X海洋环境中（居中）

第二行书写：微塑料检测报告（居中）

落款书写：微塑料检测单位名称（居中）

第四行书写：X X X X年X X月（居中）

以上内容字体字号适宜，各行间距适中，保持封面美观。

B.1.3 封里1内容

封里1写明委托单位的全称、检测项目、项目名称、通讯地址、联系电话、传真、E-mail等，检测单位的全称、通讯地址、联系电话、传真、E-mail等。

B.2 报告章节内容

报告内容包括以下全部或部分內容。依据內容的不同，可对下列章节及內容适当增减。

B.2.1 样品来源

主要包括样品来源、数量、采样方式等样品情况的简要说明

B.2.2 检测依据

B.2.3 检测仪器

B.2.4 检测结果

B.2.5 检测结论

附图、附表、参考文献等

附录 C
(资料性)
记录表

表1海水样品/生物样品采样记录表

采样海域: _____ 采样方法: _____ 采样日期: _____ 第 ____ 页 共 ____ 页

序号	站号	样品编号	采样时间 (hh:mm)	经度	纬度	拖网开口面积 (m ²)	流量计转数 (转)	滤水量 (m ³)
备注	1. 天气: 2. 海况: 3. 其他:							

取样者: _____ 记录者: _____ 校对者: _____

表3 水样和沉积物样前处理记录

采样海域：_____ 采样方法：_____ 采样日期：_____

样品名称	处理日期		20 年 月 日					备 注
样品类型	水样 <input type="checkbox"/> 沉积物 <input type="checkbox"/>		沉积物 R 含水率测定 烘干温度：105 °C					
样品编号	原始样总量 (mL\kg)	重复	分析样取样量 (mL\ g)	样品编号	重复	湿重	干重	含水率
		1			1			
		2			2			
		3			3			
		1			1			
		2			2			
		3			3			
		1			1			
		2			2			
		3			3			
		1			1			
		2			2			
		3			3			
备注								

分析者：_____ 校对者：_____ 审核者：_____

