团 体 标 准

土壤环境微塑料监测技术规范/标准

编制说明

《土壤环境中微塑料监测技术规范/标准 激光显微拉曼光谱/傅里叶变换红外光谱-光学显微镜法》

标准编制组

2024 年 3 月

标准名称：　　土壤环境中微塑料监测 激光显微拉曼光谱/傅里叶变换红外光谱-光学显微镜法

标准起草单位：西北农林科技大学、陕西师范大学、中国科学院南京土壤研究所

标准起草人：　贾汉忠、王艳华、刘鹏、徐信琪、封紫贤、祝可成、李彦霈、叶茂、王瑞媛、郭子弋、钱依琳

1 工作简况

1.1 任务来源

本标准为中国土壤学会为适应国家标准化改革发展而开展的团体标准工作，以期增加土壤环境领域相关标准的有效供给，促进土壤环境行业发展，充分发挥中国土壤学会社会服务功能。本标准由土壤学会归口管理，由西北农林科技大学、陕西师范大学、中国科学院南京土壤研究所负责起草。

1.2 协作单位

（1）牵头单位

西北农林科技大学，组织实施标准起草工作及各起草单位之间的协调工作。

（2）参加单位

陕西师范大学、中国科学院南京土壤研究所，参与标准起草及应用和验证工作。

1.3 主要工作过程

为使制定的标准具有先进性和科学性，标准起草工作组进行了大量的工作，主要工作过程包括：

2023 年 10 月 1 日到 2024 年 1 月 10 日，开展技术标准的前期调研工作，查询国内外相关标准及研究报道，并召开标准启动会与相关行业内专家交流标准规范的编制思路。

2024 年 1 月 11 日到 2024 年 2 月 29 日，验证实验方案，实验室内进行样品均匀性验证，并组织协同实验室开展方法验证工作，收集

并整理验证方法数据。

2024 年 1 月 1 日到 2024 年 3 月 30 日，结合调研和实验室工作情况，开发并建立标准方法，组织行业内专家审查标准草案，修订编制草案及编制说明。

2024 年 3 月 31 日工作组完成数据分析，形成征求意见稿和编制说明。

1.4 起草组成员及其所做的主要工作

贾汉忠 西北农林科技大学 负责标准整体结构的设计和技术内容的确定，协调标准编制过程中各起草单位之间的工作。

王艳华 陕西师范大学 负责标准整体结构的设计和技术内容的确定，组织专家评审及意见修改工作。

刘鹏 西北农林科技大学 调度起草组成员推荐标准制定程序和进度，组织协调标准制定所需资源。

徐信琪 封紫贤 王瑞媛 郭子弋 钱依琳 陕西师范大学 负责资料收集、文献检索、样品采集与分析、标准编写等工作。

祝可成 李彦霈 西北农林科技大学 负责资料收集，数据归纳整理，参与标准起草和标准论证工作。

叶茂 中国科学院南京土壤研究所 参与标准起草和标准论证，协助组织专家评审及意见修改工作。

2 标准编制原则和确定主要内容的论据

2.1 编制原则

本标准的编制原则为以科学发展观为指导，以实现经济、社会的

可持续发展为目标，以土壤相关法律、法规、规章、政策和规划为根据，积极借鉴国内外先进标准，遵循“科学性、先进性、可行性、规范性”的原则，通过制定和实施标准，促进社会效益、经济效益和社会效益的统一。

- 科学性

标准制定前，起草组首先搜集了国内外先进标准和前沿的科学研究，开展典型样品的方法开发，结合了研究资料和实际数据，保证了标准制定的科学性。

- 先进性

标准制定过程中标准起草组查阅了国际国内各个专家和地区对于土壤中微塑料检测方法的相关法律法规、标准资料和科研论文，并在制定过程中多次与行业内专家进行了咨询和讨论，确保了检测方法的先进性。

- 可行性

标准的制定应与经济、技术发展水平相适应。本标准在参考国内外相关标准及研究报道的基础上，充分考虑了我国检测技术现状，并多次与检测机构代表就检测技术进行讨论，保证了标准的可行性。

- 规范性

本标准依据 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第 1 部分：标准的结构和编写》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则第 4 部分：试验方法标准》的要求进行编制，保证了标准的规范性。

2.2 确定标准主要内容的论据

本标准涉及的傅里叶变换显微红外光谱法和激光显微拉曼成像光谱法为微塑料的综合表征方法，具体原理如下：

本标准使用显微红外光谱仪对土壤中的微塑料进行测定。使用体式显微镜、高清显微成像仪等常用光学显微成像设备，确定提取的滤膜上的疑似目标物，并对目标物的形貌特征进行记录。然后采用傅里叶变换红外光谱仪对疑似目标物进行谱图采集与分析，将采集到的目标物的红外光谱谱图与相应仪器的标准谱图对比，对疑似目标物进行定性分析。最后，使用 Image J 软件对微塑料的数量进行统计。

本标准使用激光显微拉曼光谱仪对土壤中的微塑料进行测定。样品去除生物干扰后，目标物被抽滤至微孔滤膜上。通过显微拉曼光谱在 50 倍视野下分析微塑料颗粒。首先使用色散拉曼显微镜来检测提取的滤膜上的潜在目标物，并记录它们的形态特征。随后使用激光显微拉曼光谱仪对疑似目标物进行谱图采集与分析，将采集到的目标物的光谱图与相应仪器的标准谱图对比，对疑似目标物进行定性分析。最后，使用五点法对微塑料的数量进行统计计算，确定土壤中微塑料的丰度。

3 主要试验论证及分析

3.1 过 5 mm 不锈钢筛的选择

根据本标准微塑料的定义，标准要求前处理时要将土壤的样品经过孔径 5 mm 的不锈钢筛网（4 目）进行过滤，收集过滤后土样进行进一步的处理和分析。

3.2 微塑料粒径范围

本标准中在样品处理过程中采用了不锈钢试验筛（孔径 5 mm、4 目），而傅里叶变换显微红外光谱仪和激光显微拉曼成像光谱仪的最小检测限为 0.001 mm，因此本标准土壤中微塑料检测的粒径范围为 0.001-5 mm。

3.3 浮选溶液的选择

基于密度差异的浮选方法用于将微塑料与密度较大的沉积物进行分离。典型密度分离是采用浮选盐溶液与样品混合，搅拌使其混合均匀后静置，密度小于浮选盐溶液的微塑料浮到表面，密度更大的物质如沙粒则沉淀下来，从而达到分离纯化微塑料的目的。微塑料的密度大部分小于 1.4 g/cm^3，而目前文献中常用的浮选盐溶液为饱和氯化钠溶液、碘化钠溶液和氯化锌溶液，乙醇也用于分离塑料与密度较低的生物材料。

通过对国内外文献分析，对比不同样本的浮选方法，参考经济性、环保性等原则，选择氯化锌溶液（1.5 g/cm^3）和饱和氯化钠溶液（1.2 g/cm^3）作为浮选盐进行比较，实验室仅验证其对微塑料标准样品浮选的适应性。方法为分别取不同粒径的聚乙烯、聚苯乙烯、聚氯乙烯（500 μm、1 mm、3 mm）20 个，分别加入到 400 mL 目标浮选盐溶液中，搅拌均匀，静置 10 min，收集上清液，剩余溶液加入浮选盐 200 mL，重复 5 次，合并上清液进行抽滤，对滤膜上的微塑料标准品颗粒在显微镜下计数，计算回收率。两种浮选盐溶液对于聚乙烯（PE）聚苯乙烯（PS）的回收率差别不明显，回收率均可达到 95%以上；饱和氯化锌溶液对聚氯乙烯（PVC）其回收率低于 20%，而氯化钠溶

液回收率达到了90%以上，因此本标准中确定浮选盐为饱和氯化钠溶液（1.2 g/cm^3）。

3.4 消解溶液的选择

微塑料表面附着的有机物及生物膜等杂质影响微塑料的光谱扫描检测结果。为准确识别微塑料的类型，通常利用消解法对待测样品进行纯化或分离处理。酸消解法是利用强酸如硝酸、硫酸、高氯酸、盐酸等去除有机物质。碱消解法是利用氢氧化钾等强碱溶液进行消解处理。10%氢氧化钾溶液已成功用于从鱼类和双壳类动物的消化道中分离出微塑料，而不会影响微塑料特性。氧化剂消解法通常采用30%过氧化氢溶液，虽然有可能导致微塑料褪色，但在溶解有机物方面效果良好。酶消解法已在许多研究中用于降解或水解生物组织，优点是不会改变塑料聚合物特性，但是消解时通常需要多种酶，且工作的条件不相同，耗费时间比较长。结合文献总结和相关标准，本标准中土壤样品消解采用30%过氧化氢溶液。消解过程中选择不同的消解温度来加速消解过程，以达到最佳消解效果。文献资料报道，在温度超过65 ℃存在部分微塑料分解的现象，因此温度实验设定为50 ℃和60 ℃和 75 ℃。测定结果表明在 50 ℃时消解时间和消解效果明显优于75 ℃，50 ℃时消解效果与60 ℃差别很小。从节约能源和实验室安全的角度考虑，选择50 ℃作为消解温度，既能节约成本，保证安全，也能避免部分微塑料分解的问题。

3.5 滤膜的选择

对于土壤环境中微塑料的检测中所用滤膜，目前无可参考的标

准。本标准中选择了国内市场上常见的玻璃纤维滤膜、混合纤维素（MCE）滤膜、尼龙滤膜、硝酸纤维滤膜（NC）进行测试。试验步骤为分别抽滤 500 mL 的 H_2O_2（30%）和 KOH（10%）溶液。试验结果表明混合纤维素滤膜和硝酸纤维素滤膜会溶解于 KOH（10%）溶液中，尼龙滤膜其本身材质为塑料，可能会带来污染，因此本标准中选用玻璃纤维滤膜，既有较高的强度和韧性，不易损坏和变形，还具有良好的过滤效果，同时具有耐高温和耐腐蚀的特点。

3.6 谱图分析

通过查阅相关文献发现，当红外扫描图谱、拉曼扫描图谱与标准谱库比对结果匹配度大于等于 85%，则可以判定为微塑料。

3.7 质量控制

实验室内部质量控制是发现和消除实验分析过程中随机误差的关键环境，是实验室质量控制的基础。质量控制从以下几个方面进行：

人员控制：主要指人员培训，培训包括样品采集、前处理、样品测定、数据分析等。

环境控制：环境控制包括环境的卫生及检测流程的确立，避免出现混淆以及混乱的情况，以保证检测的质量。

仪器设备：对检测过程中使用的仪器和设备做好检查，其中包括检定、校准等工作，根据仪器设备的要求，定期使用标准物质对仪器设备的性能进行检查，尤其是在仪器检修后或仪器使用超过 1 年后。

综合监控：严格按照标准进行检测工作，所有使用的容器和物品必须保持清洁，防止对样品造成污染。

（1）空白试验

空白试验是实验室质量控制的重要环节，提高检测结果准确度。空白试验与目标物的检测条件完全一致。

（2）平行样测定

平行分析可以检查同批实验结果的稳定情况，可用于判定分析结果的精密度、仪器稳定性和实验人员的技术水平等。

（3）加标回收率的测定

在纯水中加入已知量的标准物质，按照样品的实验步骤分析，得到的实验结果与理论值的百分比，反应分析结果的准确度。

（4）全过程质量控制

即从取样过程到检测过程中设置空白试验。取样时要注意各类外在影响因素样品处理和检测过程中注意环境的控制。实验室设备规范使用，避免在后续出现偏差问题。

4 标准涉及的相关知识产权说明

本标准不涉及相关专利及其他知识产权。

5 采用国际标准的程度与水平的简要说明

5.1 与国内外同类标准水平对比情况

2004 年 Thompson 等首次提出“微塑料”概念 ，开启了学术界对微塑料的广泛研究。近十几年，越来越多的研究学者关注环境中微塑料的研究，研究领域涉及海洋、内陆淡水、土壤、生物等方面，但是微塑料领域没有任何国际标准或国内相关的国家或行业标准，各研究中采用的分析测试方法多样，不同研究结果之间缺乏可比性。

直至 2017 年，辽宁省质量技术监督局制定了关于海水中微塑料的测定标准 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》，为微塑料的分析测试提供指导方法。但是，此标准仍具有局限性：①只涉及海水中微塑料的测定。②测定方法只给出傅里叶变换显微红外光谱法中反射模式的标准测定方法。③此标准中微塑料只包括乙烯、聚丙烯、聚氯乙烯、聚苯乙烯、聚氨酯、聚酰胺、聚对苯二甲酸乙二酯等 7 类物质。④推荐的滤膜材质不是最优选择。⑤对拟合度没给出确定指标。

目前国内外尚无土壤环境中微塑料检测分析的相关标准。

5.2 与有关的现行法律法规和强制性标准的关系

本标准的检测指标和项目符合我国国家发展改革委生态环境部关于进一步加强塑料污染治理的意见（发改环资〔2020〕80 号文）规定要求，该检测方法在保证科学性合理性的基础上，与现行相关法律、法规和现行有效强制性国家标准无矛盾，协调统一。

6 重大分歧意见的处理经过和依据

本标准目前未收到重大分歧意见。

7 其他应予说明的事项

1）本标准为推荐性标准，不具有强制性，任何单位均有权决定是否采用。

2）为了贯彻实施本标准，建议本标准从发布到正式实施留有 3 个月的过渡期，在这段时间内开展一系列的宣传活动，使更多的人认识到土壤环境中微塑料测定的积极意义，提高检测的准确性及效率。