

团 体 标 准

T/CWEC XXX-2021

T/CAQI XXX-2021

地表水中微塑料的测定

Determination of microplastics in surface water

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国水利企业协会

中国质量检验协会

发布

目 次

前言.....	III
第 1 部分 总则.....	1
第 2 部分 显微拉曼成像光谱法.....	9
第 3 部分 傅立叶变换显微红外光谱法.....	14
第 4 部分 傅立叶变换红外光谱法.....	19

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这些专利的责任。

本文件起草单位：中国水利水电科学研究院、暨南大学、中国科学院水生生物研究所、中国环境监测总站、中国环境科学研究院、赛默飞世尔科技（中国）有限公司、北京师范大学、生态环境部长江流域生态环境监督管理局生态环境监测与科学研究中心、生态环境部海河流域北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、水利部长江委员会长江科学院、山东省科学院海洋仪器仪表研究所、青岛中质脱盐质量检测有限公司。

本文件主要起草人：

本文件在执行过程中的意见或建议反馈至中国水利企业协会技术标准部、中国质量检验协会标准部。

本文件为首次发布。

本文件共四个部分：

- 第 1 部分：总则；
- 第 2 部分：显微拉曼成像光谱法；
- 第 3 部分：傅立叶变换显微红外光谱法；
- 第 4 部分：傅立叶变换红外光谱法。

第 1 部分是地表水微塑料测定的基础标准，主要技术内容有方法原理、试剂及配制、仪器设备、样品采集与保存、样品的前处理、质量控制以及注意事项。

第 2~4 部分是 3 种不同仪器的特性部分，分别规定了特定的技术内容，与第 1 部分共同使用，每部分仪器的技术内容包括方法原理、仪器设备、仪器工作参考条件、样品分析测定、结果计算、测定范围、精密度和回收率以及相应的附录格式。

本文件为全文推荐。

团 体 标 准

T/CWEC XXX.1-2021

T/CAQI XXX.1-2021

地表水中微塑料的测定

第 1 部分：总则

Determination of microplastics in surface water—

Part1:General rules

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国水利企业协会

发布

中国质量检验协会

目 次

1 范围	3
2 规范性引用文件	3
3 术语和定义	3
4 方法原理	4
5 试剂及配制	4
5.1 试剂.....	4
5.2 试剂配制.....	5
6 仪器设备	5
6.1 采样设备.....	5
6.2 提取和保存设备.....	5
7 样品采集与保存	6
7.1 采水器采样法.....	6
7.2 拖网采样法.....	6
7.3 保存方法.....	6
8 样品的前处理	6
8.1 采样样品的过滤.....	6
8.2 过滤后样品中有机物的消解.....	6
8.3 微塑料颗粒提取.....	7
9 质量控制	7
10 注意事项	7
附录 A	8

地表水中微塑料的测定

第 1 部分：总 则

1 范围

本标准规定了测定地表水中微塑料的方法。

本标准适用于地表水中微塑料的测定，测定的粒径范围为 0.05 - 5 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。

SL 187 水质采样技术规程

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

颗粒尺寸小于 5 mm 的塑料制品或塑料碎屑。主要包括聚乙烯（Polyethylene, PE）、聚丙烯（Polypropylene, PP）、聚氯乙烯（Polyvinyl Chloride, PVC）、聚苯乙烯（Polystyrene, PS）、尼龙（聚酰胺）（Polyamide, PA）、聚对苯二甲酸乙二醇酯（Polyethylene Terephthalate, PET）六大类常见聚合物。

3.2

微塑料的丰度 abundance of microplastics

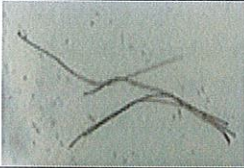


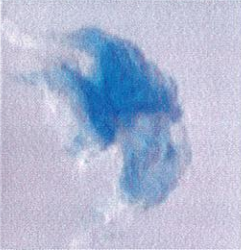
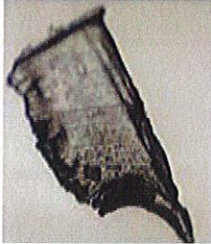
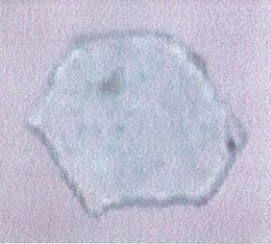


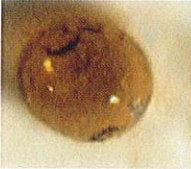

单位地表水体积中微塑料的数量，以每升地表水中微塑料个数或每立方米地表水中微塑料个数表示。

3.3

微塑料的形貌 morphological characteristics of MPs

微塑料的形貌主要包括微塑料的颜色和形状。颜色主要可分为红色、黄色、白色、绿色、蓝色、紫色、粉色、灰色、黑色、透明以及其它；形状可分为球形、薄膜、碎片、纤维状。

表 1 微塑料形貌特征参考表

形状	特征描述	参考示例	
纤维状	丝线、线绳状		
碎片	颗粒状		
	碎片状		
薄膜	质地较脆、呈透明或半透明状		
球形	表面光滑的球形或颗粒状微珠		

4 方法原理

使用体式显微镜、高清成像显微镜等常用显微成像设备，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。然后采用分析检测仪器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，对微塑料的数量和形貌特征等参数进行统计计算，确定地表水中微塑料的丰度。

5 试剂及配制

5.1 试剂

5.1.1 过氧化氢 (H₂O₂): 浓度为 30% 的过氧化氢。

- 5.1.2 氯化钠 (NaCl) (优级纯)。
- 5.1.3 浓硝酸 (HNO₃): 质量分数约为 65% - 68%。
- 5.1.4 七水合硫酸亚铁 (FeSO₄·7H₂O)。
- 5.1.5 浓硫酸: $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ 。

注: 本标准所用试剂, 除特别标注, 均使用分析纯试剂, 水为超纯水或等效纯水。

5.2 试剂配制

- 5.2.1 超纯水: 配制试剂所用超纯水电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。
- 5.2.2 硝酸溶液 (20%): 将浓硝酸 (5.1.3) 按照体积比稀释至 20% 的硝酸溶液 (v/v)。
- 5.2.3 硫酸亚铁溶液 (0.05 M): 称取 7.5 g FeSO₄·7H₂O (5.1.4) 于 500 mL 高纯水中, 再将 3 mL 浓硫酸 (5.1.5) 缓慢加入溶液中, 摇匀, 保存在棕色试剂瓶中备用, 现用现配。

6 仪器设备

6.1 采样设备

- 6.1.1 采水器: 大体积不锈钢采水器, 建议采水器体积为 5 L。
- 6.1.2 拖网: 网具为 Neuston 网或 Manta 网, 网目孔径为 0.33 mm, 网衣末端连接网底管, 内置筛绢套, 孔径为 0.33 mm。
- 6.1.3 横向数字流量计: 使用前必须标定。

6.2 提取和保存设备

- 6.2.1 广口玻璃样品瓶: 1000 mL。
- 6.2.2 烘箱。
- 6.2.3 真空抽滤装置: 包括真空泵、抽滤瓶和抽滤器。
- 6.2.4 滤膜: 孔径为 0.45 μm 的水系滤膜。
- 6.2.5 烧杯和玻璃棒: 烧杯体积分别为 250 mL 和 500 mL。
- 6.2.6 玻璃培养皿。
- 6.2.7 无齿不锈钢镊子。
- 6.2.8 洗瓶: 500 mL。
- 6.2.9 铝箔纸。
- 6.2.10 超声设备, 频率 40 - 60 KHz。
- 6.2.11 不锈钢筛网: 不锈钢筛网孔径分别为 0.048 mm、0.096 mm、0.30 mm、2.0 mm 和 5.0 mm。
- 6.2.12 漏斗、胶皮连接管、止水夹: 漏斗容积为 500 mL, 下端接有胶皮连接管。
- 6.2.13 电热板。

6.2.14 冰箱。

6.2.15 O 环和铁架台。

7 样品采集与保存

7.1 采水器采样法

采用大体积采水器（6.1.1）采集地表水 30 L，过 0.048 mm 不锈钢标准筛（6.2.11），将筛网上的固体颗粒物用去离子水反冲入 1000 mL 广口玻璃样品瓶（6.2.1）中，同时采集平行样品 2 个，地表水具体采样方法执行 SL187 水质采样技术规程。

7.2 拖网采样法

使用拖网（6.1.2）采样，数字流量计（6.1.3）装于网口中央，拖网置于船体的侧边，拖行距离和滤水量可通过流量计（6.1.3）上的读数计算获得。拖网以 2 节船速拖行 10 - 15 min。每次拖行完毕之后，用当地的水清洗拖网（6.1.2），并将清洗液与网底管的样品一并装进 1000 ml 的玻璃样品瓶（6.2.1）。

7.3 保存方法

样品采集后密封带回实验室，及时进行分析测定。若不能及时分析测定的样品，应置于 4℃ 的冰箱（6.2.14）中，冷藏保存。

8 样品的前处理

8.1 采样样品的过滤

8.1.1 将已采集的 1000 mL 广口玻璃样品瓶（6.2.1）中的样品过 5 mm 不锈钢筛（6.2.11），剔除尺寸大于 5 mm 的固体颗粒物，滤液继续过不同尺寸不锈钢筛网（6.2.11），其中采水器采样的样品选择最小孔径筛网为 0.048 mm（6.2.11），拖网采集样品过孔径为 0.30 mm 不锈钢筛网（6.2.11）。

8.1.2 将步骤 8.1.1 中不锈钢筛网上的颗粒物用适量超纯水反冲至 250 mL 烧杯（6.2.5）中，盖好铝箔纸（6.2.9），待处理。

8.2 过滤后样品中有机物的消解

8.2.1 向 8.1.2 中的烧杯中先加入 20 mL 浓度为 0.05 M 的硫酸亚铁溶液（5.2.3），再加入浓度为 30% 过氧化氢（5.1.1），烧杯口盖好铝箔纸，在常温下放置 15 min，若反应剧烈，可向烧杯中加入超纯水或将烧杯置于冰水浴中。

8.2.2 反应在通风橱中进行，待剧烈反应结束后，将 8.2.1 步骤中的样品烧杯转移至电热板（6.2.13）上，温度控制在 50℃。

8.2.3 视烧杯中样品有机质去除情况，待 8.2.1 步骤的样品烧杯中不再产生气泡后，再次向烧杯中加入 20 mL 30% 过氧化氢（5.1.1）继续消解，重复此步骤 3~4 次，直至无肉眼可见天然有机物。

8.2.4 向样品烧杯中加入氯化钠 (NaCl) (5.1.2), 每 20 mL 溶液中加入 6 g NaCl 以增加溶液密度, 用玻璃棒 (6.2.5) 搅拌, 直至 NaCl 溶解。

8.2.5 将 8.2.4 步骤烧杯中的液体转移至夹好止水夹的漏斗 (6.2.12) 中, 用适量超纯水适当冲洗, 冲洗液一并转移至漏斗中, 用铝箔纸 (6.2.9) 将漏斗封口, 置于铁架台的 O 环 (6.2.15) 上, 静置 24 h。

8.3 微塑料颗粒提取

8.3.1 松开止水夹 (6.2.12) 将 8.2.5 中漏斗 (6.2.12) 下层沉淀物等杂质从漏斗 (6.2.12) 的胶皮连接管处排出, 上层溶液转移至 500 mL 烧杯 (6.2.5) 中, 并用超纯水 (5.2.1) 反复冲洗 3 遍, 一并转移至 250 mL 烧杯 (6.2.5) 中。

8.3.2 根据对微塑料尺寸的分级要求, 将 8.3.1 部分中的上层溶液过目标孔径的不锈钢筛网。采水器采样样品分别过 0.048 mm、0.096 mm、0.30 mm 和 2.0 mm 的不锈钢筛网 (6.2.11); 拖网采样样品分别过 0.30 mm 和 2.0 mm 的不锈钢筛网 (6.2.11)。

8.3.3 用装有超纯水 (5.2.1) 的洗瓶 (6.2.8) 反冲不锈钢筛网, 反复冲洗 3 遍, 将不同尺寸的微塑料颗粒收集至 250 mL 烧杯 (6.2.5) 中。

8.3.4 采用真空抽滤装置 (6.2.3), 将 8.3.3 中的液体过 0.45 μm 的水系滤膜 (6.2.4)。

8.3.5 用无齿不锈钢镊子 (6.2.7) 将水系滤膜取下置于培养皿 (6.2.6) 中, 放置烘箱 (6.2.2) 中 50 $^{\circ}\text{C}$ 烘干或自然晾干, 待测。

9 质量控制

9.1 每批样品应做全程序空白, 每批次空白样品不少于 3 个。如果测定结果表明全程序有不可忽略的玷污, 应查明污染源来源并进行消除。

9.2 全程序空白要求采样前在实验室将高纯水放入样品瓶中密封, 将其带到采样现场。与采样的样品瓶同时开盖和密封, 之后随样品运回实验室, 按与样品相同的操作步骤进行试验, 用于检查样品从采集到分析全程序是否受到污染。

10 注意事项

10.1 为避免实验室污染对测定结果的影响, 实验前使用酒精擦拭实验台, 操作实验过程中应全程穿着棉质实验服, 并戴好口罩。若中途停止实验, 需将容器用铝箔封口。

10.2 实验所用玻璃器皿, 在使用前须用硝酸溶液 (5.2.2) 浸泡至少 12 h 后, 用超纯水冲洗晾干后使用。

10.3 实验环境推荐室内温度为 25 \pm 5 $^{\circ}\text{C}$, 湿度 <60%, 避免温度、湿度变化对分析结果造成较大干扰, 室内湿度较大时, 建议使用除湿机等设备进行湿度控制。

附录 A

(资料性)

地表水中微塑料丰度计算记录表样

A.1 地表水中微塑料丰度计算记录表

采样日期：____年____月____日

分析日期：____年____月____日

样品体积 V：____ mL(或 L)

分析仪器：_____

样品编号	序号	目标物				
		颜色	尺寸	形貌 ^a	成分	备注
	1					
	2					
	3					
	4					
	5					
	6					
微塑料个数合计(个)						
微塑料丰度 A(个/L)						
^a 形貌：纤维状、碎片状、薄膜、球形、其它。						

团 体 标 准

T/CWEC XXX. 2-2021

T/CAQI XXX. 2-2021

地表水中微塑料的测定

第 2 部分：显微拉曼成像光谱法

Determination of microplastics in surface water—

Part2: Method of microscopic raman imaging spectroscopy

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国水利企业协会

中国质量检验协会

发布

目 次

1 范围	11
2 规范性引用文件	11
3 方法原理	11
4 仪器设备	11
4.1 制样设备	11
4.2 分析测定设备	11
5 仪器工作参考条件	12
6 分析测定	12
7 结果计算	12
8 精密度和准确度	12

地表水中微塑料的测定

第 2 部分：显微拉曼成像光谱法

1 范围

本标准规定了使用显微拉曼成像光谱仪对地表水中微塑料测定的方法。

本标准适用于使用显微拉曼成像光谱仪测定地表水中 0.05 - 5 mm 的微塑料。

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。

DB21/T 2751 海水中微塑料的测定 傅立叶变换显微红外光谱法

3 方法原理

使用体式显微镜、高清成像显微镜等常用显微成像设备，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。然后采用显微拉曼成像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拉曼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，对微塑料的数量和形貌特征等参数进行统计计算，确定地表水中微塑料的丰度。

4 仪器设备

4.1 制样设备

4.1.1 显微成像设备：体式显微镜或显微成像仪。

4.1.2 无齿不锈钢镊子。

4.1.3 载玻片。

4.1.4 双面胶。

4.2 分析测定设备

4.2.1 显微拉曼成像光谱仪：波数范围 3400 - 50 cm^{-1} ，分辨率小于 5 cm^{-1} ，配有制冷 CCD/SCMOS/EMCCD 检测器和标准谱图库。

5 仪器工作参考条件

显微拉曼成像光谱仪分辨率为 $2 - 4 \text{ cm}^{-1}$ ，曝光时间与累加次数随目标物的信号大小变化。激发波长与激光能量随目标物的信号大小变化。激发波长宜为 532 nm ，荧光干扰较大的样品，推荐使用 785 nm 。软件设置选择荧光背景自动扣除功能。

6 分析测定

6.1 将第一部分提取的含有微塑料颗粒的滤膜从培养皿中取出后，平整的贴于粘有双面胶（4.1.4）载玻片（4.1.3）上，在体式显微镜或显微成像系统（4.1.4）中拍照，标记疑似目标颗粒物，并根据表 A.1 中相应内容，记录疑似目标颗粒物的形貌特征。

6.2 将步骤 6.1 中的载玻片（4.1.3）固定于显微拉曼成像光谱仪（4.2.1）的载物台上，找到目标物，根据目标物的尺寸选择合适的物镜倍数，移动样品台，聚焦目标物，使目标物视野达到最清晰效果。按照设置好的仪器条件（5）运行仪器程序，采集目标物信号。

6.3 个别样品需要进行后期处理，采用“平滑”曲线功能，对拉曼光谱图进行进一步处理。

6.4 将目标物光谱谱图与拉曼光谱谱图库进行比对，匹配度达到 85% 以上的目标物，方可确定目标物的成分，并记录于表 A.1。

7 结果计算

按照公式（1）计算地表水中微塑料丰度：

$$A = \frac{N}{V} \quad (1)$$

式中：

A——地表水中微塑料的丰度，单位为个/L 或个/ m^3 ；

N——微塑料目标物的个数，单位为个；

V——采用采水器过滤地表水的总体积，单位为升（L）；采用拖网计算出的滤水量，单位为立方米（ m^3 ）。

8 精密度和准确度

精密度和准确度的验证根据 DB21/T 2751 实验室加标空白法进行测定。加标样品的制备方法如下：

采集地表水过 $0.45\mu\text{m}$ 的水系滤膜，将适量已知成分的微塑料颗粒加入 500 mL 过滤后的地表水中。制备和分析 5 个实验室加标的平行样，其微塑料丰度宜在 $25 - 30$ 个/L。按规定的操作步骤进行定量与定性分析。

根据 5 家实验室对地表水样品进行的实验室加标实验的方法验证，地表水中微塑料的加标回收率为 90% - 92%，加标回收率最终值为 $(91 \pm 0.29) \%$ 。

团 体 标 准

T/CWEC XXX. 3-2021

T/CAQI XXX. 3-2021

地表水中微塑料的测定

第 3 部分：傅立叶变换显微红外光谱法

Determination of microplastics in surface water—

Part3: Method of micro-fourier transform infrared spectroscopy

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国水利企业协会

中国质量检验协会

发布

目 次

1 范围	16
2 规范性引用文件	16
3 方法原理	16
4 仪器设备	16
4.1 制样设备.....	16
4.2 分析测定设备.....	16
5 仪器工作参考条件	17
6 分析测定	17
7 结果计算	17
8 精密度和准确度	17

地表水中微塑料的测定

第 3 部分：傅立叶变换显微红外光谱法

1 范围

本标准规定了使用傅立叶变换显微红外光谱仪对地表水中微塑料测定的方法。

本标准适用于使用傅立叶变换显微红外光谱仪测定地表水中 0.05 - 5 mm 的微塑料。

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。

DB21/T 2751 海水中微塑料的测定 傅立叶变换显微红外光谱法

3 方法原理

使用体式显微镜、高清显微成像显微镜等常用显微成像设备，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。然后采用傅立叶变换显微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，对微塑料的数量和形貌特征等参数进行统计。

4 仪器设备

4.1 制样设备

4.1.1 显微成像设备：体式显微镜或显微成像仪。

4.1.2 显微取样针。

4.1.3 无齿不锈钢镊子。

4.1.4 载玻片。

4.1.5 双面胶。

4.2 分析测定设备

4.2.1 傅立叶变换显微红外光谱仪：波数范围 4000 - 650 cm^{-1} ，分辨率可达 0.4 cm^{-1} ，配有 MCT 检测

器，标准谱图库。

5 仪器工作参考条件

采用透射模式，MCT 检测器，波数范围 4000 - 650 cm^{-1} ，分辨率为 8 cm^{-1} 。光阑大小随目标物大小变化，光阑越小扫描次数增大以提高信噪比。配有红外光谱标准谱图库。

6 分析测定

6.1 将第一部分提取的含有微塑料颗粒的滤膜从培养皿中取出后，平整的贴于粘有双面胶（4.1.5）载玻片（4.1.4）上，置于 40 倍体式显微镜或显微成像系统中（4.1.1）拍照，标记疑似目标颗粒物，并根据表 A.1 中相应内容，记录疑似目标颗粒物的形貌特征。

6.2 在体式显微镜或显微成像系统（4.1.1）下，采用显微取样针（4.1.2），挑取疑似微塑料目标颗粒物放于 KBr 盐片或金刚石压池中。

6.3 将 KBr 盐片或金刚石压池放于傅立叶变换显微红外光谱仪（4.2.1）的载物台上，找到目标物，聚焦目标物，使目标物视野达到最清晰效果。根据目标物的尺寸选择合适的光阑，按照设置好的仪器条件（5）运行仪器程序，采集目标物信号。若信号饱和可使用滚刀等工具对样品进行压制后再测试。

6.4 将目标物光谱谱图与红外光谱谱图库（5）进行比对，根据匹配度定性微塑料样品成分，匹配度达到 85% 以上的目标物，方可确定最终成分，并记录于表 A.1。

7 结果计算

本标准方法按照公式（1）计算地表水中微塑料丰度：

$$A = \frac{N}{V} \quad (1)$$

式中：

A——地表水中微塑料的丰度，单位为个/L 或个/ m^3 ；

N——微塑料目标物的个数，单位为个；

V——采用采水器过滤地表水的总体积，单位为升（L）；采用拖网计算出的滤水量，单位为立方米（ m^3 ）。

8 精密度和准确度

精密度和准确度的验证根据 DB21/T 2751 实验室加标法进行测定。加标样品的制备方法如下：

采集地表水过 0.45 μm 的水系滤膜，将适量已知成分的微塑料颗粒加入 500 mL 过滤后的地表水中。制备和分析 5 个实验室加标的平行样，其微塑料丰度宜在 25 - 30 个/L。按规定的操作步骤进行定量与

T/CWEC XXX. 3-2021
T/CAQI XXX. 3-2021

定性分析。

根据 5 家实验室对地表水样品进行实验室加标实验的方法验证,地表水中微塑料的加标回收率为 80% - 94%, 加标回收率最终值为 $(87.8 \pm 0.30) \%$ 。

团 体 标 准

T/CWEC XXX. 4-2021

T/CAQI XXX. 4-2021

地表水中微塑料的测定

第 4 部分：傅立叶变换红外光谱法

Determination of microplastics in surface water—

Part4: Method of fourier transform infrared spectroscopy

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国水利企业协会

发布

中国质量检验协会

目 次

1 范围.....	21
2 规范性引用文件	21
3 方法原理	21
4 仪器设备	21
4.1 制样设备	21
4.2 分析测定设备	22
5 水样的前处理.....	22
6 微塑料的提取	22
7 仪器工作参考条件	22
8 样品分析测定	22
9 结果计算	22
10 精密度和准确度	23
参考文献	24

地表水中微塑料的测定

第 4 部分：傅立叶变换红外光谱法

1 范围

本标准规定了使用傅立叶变换红外光谱法对地表水中微塑料测定的方法。

本标准适用于使用傅立叶变换红外光谱法测定拖网采样获得的地表水中 0.30 - 5.0 mm 的微塑料。

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。

DB21/T 2751 海水中微塑料的测定 傅立叶变换显微红外光谱法

3 方法原理

使用体式显微镜等常用显微成像设备，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。然后采用傅立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，对微塑料的数量和形貌特征等参数进行统计。

4 仪器设备

4.1 制样设备

- 4.1.1 显微成像设备：体式显微镜或显微成像仪。
- 4.1.2 无齿不锈钢镊子。
- 4.1.3 玻璃培养皿。
- 4.1.4 不锈钢筛网：孔径分别为 5.0 mm、2.0 mm、1.0 mm 和 0.30 mm。
- 4.1.5 真空抽滤装置。
- 4.1.6 滤膜：0.45 μ m 水系滤膜。
- 4.1.7 烘箱。
- 4.1.8 显微取样针。
- 4.1.9 载玻片。
- 4.1.10 烧杯：250 mL。

T/CWEC XXX. 4-2021

T/CAQI XXX. 4-2021

4.2 分析测定设备

4.2.1 傅立叶变换红外光谱仪：波数范围 4000 - 400 cm^{-1} ，分辨率可达 0.4 cm^{-1} ，配有衰减全反射(ATR)附件以及标准谱图库。

5 水样的前处理

本部分将本标准第 1 部分总则 8.1.1 拖网采集的样品过 0.30 mm 不锈钢筛网 (4.1.4)，将筛网上的颗粒物用超纯水反冲至 250 mL 烧杯 (4.1.10) 中，盖好铝箔纸。

6 微塑料的提取

同第 1 部分中拖网采样方法。不锈钢筛网孔径分别为 0.30 mm、1.0 mm、2.0 mm 以及 5.0 mm。

7 仪器工作参考条件

采用 ATR 模式，DTGS 检测器，波数范围 4000 - 400 cm^{-1} ，分辨率为 4 cm^{-1} ，32 次扫描光。配有红外光谱标准谱图库。

8 样品分析测定

8.1 将滤膜 (4.1.6) 上的疑似微塑料颗粒用无齿不锈钢镊子 (4.1.2) 夹出或显微取样针 (4.1.8) 挑出，放置于载玻片 (4.1.9) 上，置于 40 倍体式显微镜或显微成像系统 (4.1.1) 中拍照，标记疑似目标颗粒物，并根据表 A.1 中相应内容，记录疑似目标颗粒物的形貌特征。

8.2 将傅立叶变换红外光谱仪 (4.2.1) 中 ATR 附件放于光路中，在软件中进行参数设置，不放置样品的情况下采集背景。

8.3 在 40 倍体式显微镜下，采用不锈钢镊子 (4.1.2) 或显微取样针 (4.1.8)，挑取疑似微塑料目标检测物放于 ATR 晶体表面。

8.4 将 ATR 压力臂，摇下压制在样品表面，应确保样品和晶体紧密接触，随后采集目标物信号。

8.5 将目标物谱图与红外光谱谱图库 (7) 进行比对，匹配度达到 85% 以上的目标物，方可确定最终成分，并记录与表 A.1。

9 结果计算

本标准方法按照公式 (1) 计算地表水中微塑料丰度：

$$A = \frac{N}{V} \quad (1)$$

式中：

A——地表水中微塑料的丰度，单位为个每立方米（个/m³）；

N——微塑料目标物的个数，单位为个；

V——采用拖网计算出的滤水量，单位为立方米（m³）。

10 精密度和准确度

精密度和准确度的验证根据 DB21/T 2751 实验室加标法进行测定。加标样品的制备方法如下：

采集地表水过 0.45 μm 的水系滤膜，将适量已知成分的微塑料颗粒加入 500 mL 过滤后的地表水中。制备和分析 3 个实验室加标的平行样，其微塑料丰度大概在 25 ~30 个/L 范围内。按规定的操作步骤进行定量与定性分析。计算不同微塑料组分的回收率和精密度(相对标准偏差)。

根据 3 家实验室对地表水样品进行实验室加标实验的方法验证，地表水中微塑料的加标回收率为 101% - 102%，加标回收率最终值为 (101±0.15) %。

参考文献

[1] Masura, J., Baker, J., Foster, G., Arthur, C., et al., 2015. Laboratory Methods for the Analysis of Microplastics in the Marine Environment: Recommendations for quantifying synthetic particles in waters and sediments. NOAA Marine Debris Division, Silver Spring, USA.
