ICS 13.080

CCS Z13

团 体 标 准

P/CIQA-160-2023

土壤/沉积物中微塑料分析采样与提取

Sampling and extract protocal for microplastic in soil/sediment

（征求意见稿）

x xxx-xx-xx 发布 xx xx-xx-xx 实施

**中国** **XXXXX 发布**

P/CIQA-160-2023

**前** **言**

本标准按照 XXX 厅 XXXXX 给出的规则起草。

本标准由中国出入境检验检疫协会综合质量服务标准化技术委员会(CIQA/TC12)提出并归口。

本标准起草单位 ：福建中检矿产品检验检测限公司，福建师范大学地理科学学院、碳中和未来技术学院，中检集团福建创信环保科技有限公司

本标准主要起草人：张雅嫆，钱伟，苏金财，苏巧权，洪毅鸿，李明，郭阳阳，田月英。

请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本标准的发布机构不承担识别这些专利的责 任。

本标准文本可登录 XXXXX 下载。

本标准版权归 XXXXXXXXXXX 所有。

未经事先书面许可，本标准的任何部分不得以任何形式或任何手段进行复制、发行、改 编、翻译、汇编或将本标准用于其他任何商业目的。

**引** **言**

微塑料是指环境中尺寸小于 5 mm 的塑料类污染，其形貌类型包括纤维、发泡、颗粒 和薄膜等。土壤和沉积物是微塑料颗粒重要的赋存环境，准确、可重复地获取土壤、沉积 物等样品中的微塑料是开展相关研究最为基础的工作。 目前不同研究中，对于微塑料的采 集、保存、分离等处理方法存在差异，评价指标和计量方式缺乏标准化方案，导致不同结 果之间缺乏可比性。本文件的制定为土壤和沉积物中微塑料样品分析方法中样品采集、样 品中微塑料的分离、提取和镜检计数定量提供规范统一方法。

土壤/沉积物中微塑料分析采样与提取

**1. 范围**

本标准适用于土壤和沉积物中微塑料的采样、分离、提取以及镜检定量方法。

**2. 规范性引用文件**

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注日期的引用文件，仅注明日期 的版本适用于本文件。凡是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。

HJ/T 166 -2004 土壤环境监测技术规范

GB/T 39792.2-2020 生态环境损害鉴定评估技术指南 环境要素 第 2 部分：地表 水和沉积物

T/CSTM 00884-2024 污水中微塑料的测试 傅里叶变换显微红外光谱法 GB 17378.2-2007 海洋监测规范 第 2 部分:数据处理与分析，质量控制 DB21/T 2751-2017 海水中微塑料的测定 傅里叶变换显微红外光谱法

**3. 术语和定义**

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 沉积物 Sediment

由地表水体携带、最终沉积于水体底部，形成底泥状的任何物质。 通常是黏 土、泥沙、有机质及各种矿物的混合物，经过长时间物理、化学、生物等作用而 沉积于水体底部形成的固体[1]。

3.2 土壤 Soil

指位于陆地表层能够生长植物的疏松多孔物质层及其相关自然地理要素的综合 体[2]。

3.3 微塑料 Microplastic

任一维的尺寸＜5 mm 的化工合成高分子材料(化学纤维、塑料、橡胶和涂料等) 纤维、碎片或颗粒[3]。

3.4 微塑料丰度 Abundance of microplastic

单位质量沉积物或土壤干物质中微塑料的数量，单位为个每千克(个/kg)。

**4. 技术方法概要**

本标准通过九点取样法采样，称取定量的土壤或沉积物，经重液密度浮选、 抽滤、洗涤和烘干等预处理过程挑选出样品中的微塑料，在体视显微镜下记录微 塑料数量和形态特征，确定样品中微塑料的丰度及相关信息。

**5. 主要试剂**

本文件中试剂，除另有规定外，均使用分析纯试剂，水均为一级水。 氯化钠(NaCl)；

氯化锌(ZnCl2)；

双氧水(30% H2O2)；

七水合硫酸亚铁(FeSO4 ·7H2O)； 浓硫酸(98 % H2 SO4)；

石英砂(SiO2)； 一级水。

**6. 仪器与设备**

体视显微镜：放大倍数范围 10~80 倍； 菲林尺：刻度 0.1 mm；

不锈钢滤网：孔径 20 μm； 玻璃抽滤装置；

浮游生物计数板； pH 计；

玻璃培养皿。

**7. 样品的采集与保存**

7.1 样品采集

土壤样品中微塑料空间分布具有显著的异质性，为了保证样品的代表性， 建 议系统布点方式进行采样[2]。采样前，先将监测区域网格化分为面积相近的子区域，在所有子区域中随机选择若干个子区域(可根据实际需要决定，一般不少于三个)或每个子区域内布设一个采样点。每一采样点中采用棋盘法进行采集，在 30×30 cm2样框内按照 3×3 网格划分为 9 个采样位置，每个采样位置取相同深度土层(如 0~10 cm) ，现场置于洁净的铝箔上混匀，用四分法取0.5~ 1 kg 土样并用铝箔包裹后装入金属盒。待回实验室后，样品过 5 mm 不锈钢筛后储存在金属盒中，用于后续分离和鉴定土壤样品中的微塑料。整个操作过程中穿戴 100%棉质实验服和乳胶手套，金属盒需用去离子水清洗干净。采集过程中，需使用经高温处理的石英砂作为流程空白，便于判断全流程微塑料污染状况[4] 。

7.2 样品记录

样品标签和采样记录需包括采样时间(年月日)、地点和经纬度、样品编号和采 样深度等必要信息。采样记录表模板见附录 A1。

**8. 微塑料的分离与观测**

8.1 含水率测定

取约 10 g 样品(湿重) ，于 60 ℃下烘干后再次称重，依公式(1) ，计算样品的含 水率。

 × 100% (1)

式中：

A-烘干后样品质量，单位为克(g)； B-烘干前样品质量，单位为克(g)；

w0 -样品的含水率，单位为%。

8.2 浮选液制备

在新制的一级水中加入氯化钠，充分搅拌至氯化钠无法溶解(密度约为 1.19 g/cm3) ，继续加入氯化锌固体，配制过程中若出现絮状沉淀可低温加热或使用金属 滤膜进行抽滤，浮选液密度≥1.5 g/cm3 后即可使用[5-6]。

8.3 微塑料浮选

准确称取样品(干重~50 g)置于 250 mL 玻璃烧杯中，加入浮选液(~150 mL)后用 玻璃棒充分搅拌至无明显土壤团聚体，立即用铝箔覆盖烧杯口，静置 48 h。

8.4 微塑料提取

将澄清上清液缓慢倒入装有 20 μm孔径金属滤膜的玻璃抽滤装置中进行抽滤， 并用一级水充分冲洗装置内壁，冲洗滤膜上残留的浮选液。待洗出液体 pH 值接近 中性后停止冲洗。

8.5 消解

将过滤得到金属滤膜置于 250 mL 三角瓶中，加入 40 mL Fenton 试剂(20 mL

0.03 g/cm3 FeSO4 溶液缓慢加入 20 mL 30% H2O2) ，反应过程中将 15 mL 3 mol/L

H2 SO4 分 3-5 次加入[7] ，控制反应消解剧烈程度，消解过程中须用铝箔覆盖三角瓶

口，消解后样品静置 24 h。消解获得溶液再次经 20 μm孔径的金属滤膜抽滤，用一

级水反复冲洗三角瓶两至三次，观察确认瓶内无残留后，将滤膜放入培养皿，60 ℃ 下烘干，取出待体视显微镜下镜检[8]。

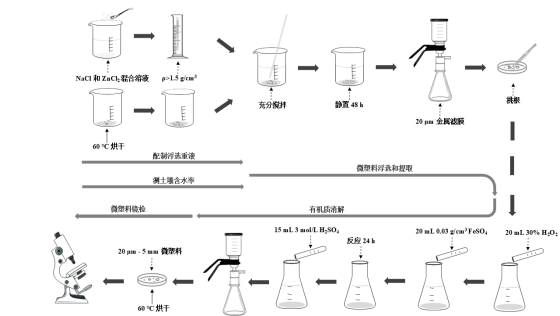


图 1 微塑料分离提取流程图

8.6 计数与观察

用解剖针或金属镊子将微塑料逐个提取至玻璃计数板中，将计数板置于体视 显微镜下，采用 Z 字形扫描并拼接图片，利用体视显微镜配套软件进行微塑料计数。 根据研究需要，记录微塑料表征如形状、颜色、粒径和面积等相关信息(附录 A3)。

**9. 结果计算**

依公式(2) ，计算微塑料丰度：

D =  (2)

式中：

D-微塑料丰度，单位为个/千克(items/kg)； N-样品中微塑料数量，单位为个(items)；

Q-样品的质量，单位为千克(kg)； w0 -样品的含水率，单位为%。

**10. 精密度和准确度**

本标准微塑料大小的测定范围为 0.02 mm~5 mm 。精密度和准确度的验证依据 GB17378.2-2007 实验室加标空白法进行测定。分别用适量已知成分的微塑料颗粒 (粒径范围 0.02 mm~5 mm)与高温处理的石英砂混合、高温处理的石英砂分别作为 标准样品和空白样品。按照测试样品相同操作步骤进行实验，计算不同微塑料组 分的回收率和精密度[9]。

**11. 质量控制**

11.1 流程空白

在采样开始阶段就必须设置空白，空白可采用经过高温处理的石英砂，其余 操作均与样品处理一致，以判断实验室试剂、样品中是否存在微塑料污染， 一批 样品中至少应设置 3 个流程空白。

11.2 采样与实验过程注意事项

在采样和实验过程中，需要尽可能地避免使用塑料制品与样品接触，应采用 玻璃和不锈钢制品。样品在静置过程中尽量避免长时间直接暴露在大气中，长时 间静置过程须采用铝箔或玻璃制品对容器进行遮盖。

11.3 实验器材

实验中所用器材如不锈钢筛子、烧杯等容器在使用前可先采用一级水洗净， 并置于马弗炉 300 ℃进行高温处理，或使用新制的一级水反复清洗，清洗后用铝箔 覆盖，避免环境中微塑料干扰。

11.4 微塑料分离提取方法质量控制

11.4.1 微塑料标准回收率实验

为了验证方法可行性，分别设置颗粒回收率和质量回收率实验。 选取塑料颗 粒(聚丙烯、聚乙烯和聚对苯二甲酸乙二醇酯，粒径 2-3 mm)各 100 粒分别放入 50 g 高温处理后的石英砂，按照样品流程进行密度浮选和消解， 最后对回收的颗粒进 行计数，依公式(3) ，计算颗粒回收率(Rp )。

 × 100% (3)

式中：

L1 -回收塑料颗粒数量，单位为个(items)；

L2 -所放塑料颗粒数量，单位为个(items) ，实验中取 100； Rp-塑料颗粒回收率，单位为%。

11.4.2 微塑料质量回收率

准确称取约 0.05 g 若干种塑料粉末(聚丙烯、聚乙烯、聚苯乙烯和聚对苯二甲 酸乙二醇酯，规格 30 目，粒径约 500 μm)分别加入 50 g 高温处理后的石英砂充分 混合，参照样品平行处理，进行称重、密度浮选、消解、抽滤、称重，并计算质 量回收率(Rm )。

 × 100% (4)

式中：

m1 -回收塑料粉末质量，单位为克(g); m2 -所放塑料粉末质量，单位为克(g); Rm -塑料质量回收率，单位为%。

**附录** **A**

**（规范性／资料性录〉** **附录标题**

**Al 土壤沉积物样品野外采样记录表**

采样记录表

样品编号：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 采样地点 |  | | |
| 采样时间 |  | 天气情况  （温度、湿度） |  |
| 经度 |  | 纬度 |  |
| 采样总深度(cm) |  | 横截面积(cm2) |  |
| 采样点 照片编号 |  |  |  |
| 沉积物样品 | 编号 | 深度（自上而下） | 样品质量(g) |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| 周围环境 |  | | |
| 备注 |  | | |

记录人： 日 期：

**A2 实验数据记录表**

土壤沉积物微塑料测定记录表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定组别 |  | 测定时间 |  | 测定人员 |  |
| 样品编号 | 烧杯/g | (烧杯+湿土)/g | (烧杯+干土)/g | 微塑料计数/个 | 备注 |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |

**A3 微塑料表征记录表**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定组别 |  | 测定时间 |  | 测定人员 |  | |
| 微塑料编号 | 形状 | 颜色 | 粒径/mm | 面积/mm2 | 成分 | 备注 |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |

注：本表格用于记录每个样品中逐个微塑料的具体信息，具体如下：

（1）表中“微塑料编号”按照图片从左到右，从上到下呈 Z 字形记录，记录形式建议为“样品编号-XXXX ”；

（2）表中“形状”按照常见分类方法可以分为纤维、发泡、颗粒、薄膜；

（3）表中“颜色”分为有色和无色透明， 有色又可根据 RGB 颜色分类细分；

（4）表中“粒径”是指显微镜下， 微塑料颗粒二维平面投影中最大直径值， 纤维形态微塑料取长度值；

（5）表中“面积 ”是指显微镜下，微塑料颗粒二维平面投影中面积值，纤维形态微塑料不记录该指标；

（6）表中“成分”是指微塑料组成成分， 可通过 DB21/T 2751-2017 标准进行测定。

**参考文献**

[1] GB/T 39792.2-2020 生态环境损害鉴定评估技术指南 环境要素 第 2 部分：地表水和沉积 物

[2] HJ/T 166 -2004 土壤环境监测技术规范

[3] T/CSTM 00884-2024 污水中微塑料的测试 傅里叶变换显微红外光谱法

[4] 王昆，林坤德，袁东星. 环境样品中微塑料的分析方法研究进展[J].环境化学, 2017, 36(1):

27-36.

[5] 王元元，李先国，张大海，等. 沉积物中微塑料的提取方法研究[J]. 世界科技研究与发展,

2016, 38(1): 105-109.

[6] 李文华，简敏菲，刘淑丽，等. 鄱阳湖湖口-长江段沉积物中微塑料与重金属污染物的赋 存关系[J]. 环境科学, 2020, 41(1): 242-252.

[7] Hurley R R, Lusher A L, Olsen M, et al. Validation of a method for extracting microplastics

from complex, organic-rich, environmental matrices[J]. Environmental Science & Technology,

2018, 52(13): 7409-7417.

[8] Ao J P , Xu G J , Wu H, et al. Fast detection and 3D imaging of nanoplastics and microplastics

by stimulated Raman scattering microscopy[J]. Cell Reports Physical Science, 2023, 4(10):2666-

3864.

[9] GB 17378.2-2007 海洋监测规范 第 2 部分:数据处理与分析，质量控制