

福建省环境监测行业协会

福建省环境监测行业协会关于征求 《海洋环境中微塑料的测定技术规程》 (征求意见稿) 团体标准意见的函

各有关单位及专家：

按照《福建省环境监测行业协会团体标准管理办法（试行）》（闽环监协办〔2022〕12）相关规定，《海洋环境中微塑料的测定技术规程》团体标准已完成征求意见稿，现面向全行业公开征求意见，征求时间：2023年9月22日至10月22日。

请按照附件3格式填写反馈意见，于2023年10月22日前发送至邮箱：527873125@qq.com

邮件格式：单位简称+海洋微塑料测定团体标准反馈意见

联系人：俞晓民 电话：13358281011

- 附件：1.《海洋环境中微塑料的测定技术规程》（征求意见稿）
2.《海洋环境中微塑料的测定技术规程》（征求意见稿）
编制说明
3.《团体标准征求意见反馈表》



福建省环境监测行业协会

2023年9月22日

附件1

ICS 13.020.40
Z51

团 体 标 准

T/FJEMIA X-2023

海洋环境中微塑料的测定技术规程

Technical regulation for microplastic monitoring in ocean environments

征求意见稿

2023-XX-XX 发布

2023-XX-XX 实施

福建省环境监测行业协会 发 布

目 次

目 次 I

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法原理 1

5 试剂及配制 2

6 仪器和设备 2

7 样品采集与保存 3

8 样品分析 3

9 数据分析与计算 4

10 测定范围、精密度和准确度 5

11 质量控制 5

附 录 A 7

前 言

本标准按照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。

本标准由福建拓普检测技术有限公司提出。

本标准由福建省环境监测行业协会归口。

本标准起草单位：福建拓普检测技术有限公司、福建拓普特种设备有限公司、自然资源部第三海洋研究所、福建师范大学、闽江学院、厦门市华测检测技术有限公司、福建中科环境检测技术有限公司、福州市红庙岭垃圾综合处理中心。

本标准主要起草人：陈金爱、林锦、俞晓民、矫立萍、林玉满、陈克华、陈强、王盛志、彭映先、林仞、谢海琳、艾松。

海洋环境中微塑料的测定技术规程

1 范围

本标准规定了利用傅立叶变换显微红外光谱法测定海洋环境中微塑料的术语和定义、方法原理、试剂及配制、仪器和设备、样品采集与保存、测定步骤、结果分析与计算、测定范围、精密度和准确度及质量控制等。

本标准适用于海洋环境中微塑料的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注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，

GB17378.2 海洋监测规范 第2部分：数据处理与分析质量控制

GB17378.3 海洋监测规范 第3部分：样品采集、贮存与运输

GB12763.6 海洋调查规范 第6部分：海洋生物调查

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

微塑料 microplastics

长度或等容粒径 $\leq 5\text{mm}$ 的塑料颗粒。

3.2

微塑料丰度 abundance of microplastics

单位体积水体或者单位质量沉积物中微塑料的个数。

3.3

海洋沉积物 marine sediments

海洋沉积物（marine sediments）是指各种海洋沉积作用所形成的海底沉积物的总称。以海水为介质沉积在海底的物质。

4 方法原理

本标准使用傅立叶变换显微红外光谱仪对海洋环境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。首先使用体视显微镜观察滤膜上目标物，记录目标物的颜色、大小及形状。

随后使用傅立叶变换显微红外光谱仪对微塑料进行化学成分鉴定。反射吸收光谱(reflection)在 $4000\text{cm}^{-1}\sim 750\text{cm}^{-1}$ 波数范围内,采用配有半导体碲化镉和半金属化合物碲化汞混合制成的 MCT(mercury cadmium telluride)检测器,对滤膜上目标物进行检测。通过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。最后,确定成分为塑料的目标物的数量。

5 试剂及配制

本标准所用试剂,除非另有规定,均使用分析纯试剂,水为去离子水或等效纯水。

- 5.1 微塑料颗粒:市售已知成分微塑料颗粒,直径为 $0.5\text{mm}\sim 1\text{mm}$ 。
- 5.2 氯化钠(NaCl)。
- 5.3 碘化钠(NaI)。
- 5.4 碘化钾(KI)。
- 5.5 双氧水($30\%\text{H}_2\text{O}_2$)。
- 5.6 七水硫酸亚铁($\text{FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$)。
- 5.7 二价铁溶液(Fe^{2+} 溶液):将 3mL 浓硫酸沿搅拌棒缓慢的加入到 500mL 水中,将 7.5g $\text{FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ($278.02\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$) 加入硫酸溶液中,搅匀,保存在棕色试剂瓶中,需现用现配。
- 5.8 高纯水:电阻率应 $\geq 18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。

6 仪器和设备

- 6.1 傅立叶变换显微红外光谱仪:波数范围 $4000\text{cm}^{-1}\sim 600\text{cm}^{-1}$,分辨率达 1cm^{-1} ,配有 MCT 检测器、金镜背景和标准谱图库。
- 6.2 体视显微镜:放大倍数范围 $8\text{X}\sim 100\text{X}$ 。
- 6.3 电热干燥箱:温度可控制在 $60^\circ\text{C}\sim 280^\circ\text{C}$ 。
- 6.4 采水器:有机玻璃材质、玻璃材质或不锈钢材质。
- 6.5 采泥器:不锈钢材质,能采沉积物表层样。
- 6.6 海洋微塑料双船体采样网:矩形网框尺寸为 $1000\text{mm}\times 500\text{mm}$,网孔孔径为 0.330mm ,网衣材质为蚕丝或尼龙丝。
- 6.7 具塞广口玻璃样品瓶: 5000mL 。
- 6.8 抽滤装置:包括滤器、支架、抽滤瓶和真空泵。
- 6.9 聚碳酸酯或玻璃纤维或不锈钢滤膜:孔径小于 $10\mu\text{m}$,直径与滤器内径相等。
- 6.10 量筒: 1000mL , 100mL 。
- 6.11 烧杯: 500mL , 1L 。

6.12 加热磁力搅拌器：配玻璃搅拌子。

6.13 玻璃培养皿：60mm。

6.14 不锈钢刮片。

6.15 无齿不锈钢镊子。

6.16 塑料洗瓶：500mL。

6.17 铝箔。

6.18 GPS 导航仪。

7 样品采集与保存

7.1 采样站位的布设按照 GB17378.3 的规定进行。

7.2 使用采水器采集表层海水于 5000mL 广口玻璃样品瓶中（采水样品），具体方法按照 GB17378.3 的规定进行。使用不锈钢采水器时，可将采集的水体样品整体转移至玻璃样品瓶内带回实验室处理，也可现场使用便携式真空抽滤泵进行抽滤，将滤膜放入玻璃培养皿带回实验室。抽滤前应设置空白样，以检测现场环境中的微塑料污染状况。

7.3 使用海洋微塑料双船体采样网水平拖曳采集表层海水样品。将网具固定悬挂于采样船的左（或右）舷，调整拖缆长度以保证网口位于不受船尾螺旋桨搅动或船体排水口影响的区域。拖网时采样船船速 ≤ 3 节，拖网持续时间为 10 min~15 min。拖网结束后，将网具以 <0.5 m/s 的速度缓慢收放至调查船内。拖网采样结束后，将网中收集的样品经 5mm 不锈钢筛过滤后全量转移至 1000mL 具塞广口玻璃样品瓶中（网采样品）。样品转移辅助工具须为非塑料制物品。

7.4 沉积物微塑料监测使用采泥器进行，采样方法按照 GB 17378.3 的规定进行，采集表面至 5 cm 的沉积物样品，重量不少于 500 g。不采柱状样。

7.5 平行样品采集数量应不少于总监测站位的 10 %。采水样要做全程序空白。

7.6 采样人员需对样品的接收、贮存、标识、运输及流转等过程进行质量控制，按照 GB 17378.3 的规定进行。采样人员采样过程中应穿着棉质衣服，佩戴棉质手套等，减少人为污染。

7.7 使用非塑料制采样勺将样品转移至玻璃样品瓶或铝箔袋内密闭送至实验室并于 48h 内进行分析。若不能及时测定，将样品置于 4℃ 的条件下冷藏保存，7d 内测定。

8 样品分析

8.1 样品前处理

8.1.1 水体微塑料样品处理

将水体样品抽滤在滤膜上，滤膜上物质反冲转移至 1 L 烧杯中。加入 25 mL Fe^{3+} 溶液，再加入 25 mL H_2O_2 （30 %）溶液，使用玻璃棒或摇床充分混合后使用电热板或水浴锅加热至 60 ℃，消解 6 h，视杂质消解情况，重复以上步骤。利用真空抽滤泵进行抽滤。用无齿不锈钢镊子将滤膜放入玻璃培养皿，避光自然风干。

8.1.2 沉积物微塑料样品处理

称取50 g沉积物样品，置于干燥箱60 ℃烘干至恒重，通过计算重量差的方法测定沉积物样品含水率。

称取200 g沉积物样品放入1 L玻璃烧杯中，缓慢加入饱和氯化钠溶液，使用搅拌器或转子搅拌4h，使其充分混合，静置沉降6h后，将浮选上清溶液转移至另一玻璃烧杯中。可重复上述浮选步骤以提高微塑料的回收率。随后，抽滤在滤膜上，滤膜上物质反冲转移至1 L烧杯中，加入25 mL Fe^{2+} 溶液，再加入25 mL H_2O_2 (30 %) 溶液，使用玻璃棒或摇床充分混合后使用电热板或水浴锅加热至60 ℃，消解6 h，视杂质消解情况，重复以上步骤。将滤膜放入玻璃培养皿，避光自然风干。

浮选试剂也可采用饱和碘化钠溶液或饱和碘化钾溶液。

8.2 傅立叶变换显微红外光谱工作参考条件

傅立叶变换显微红外光谱采用反射模式，MCT检测器，波数范围取 $4000\text{cm}^{-1}\sim 750\text{cm}^{-1}$ ，分辨率为 4cm^{-1} ，光栅大小与累加次数随目标物大小变化。累加次数随光栅增大而减少。

8.3 样品测定

8.3.1 使用体视显微镜对滤膜上的微塑料样品进行识别、拍照和计数。滤膜在显微镜下以从左到右的Z字形进行镜检。利用显微镜CCD镜头进行拍照，并使用相关图像软件对微塑料的粒径进行测量，按其最长边计算长度。

8.3.2 使用显微傅里叶变换红外光谱仪对镜检挑出的疑似微塑料颗粒进行化学成分鉴定。将滤膜从培养皿中取出，固定于傅立叶变换显微红外光谱仪样品架上，使滤膜与金镜位于同一平面。将样品架置于载物台上。

8.3.3 使用傅立叶变换显微红外光谱仪显微镜找到疑似微塑料颗粒，根据疑似微塑料颗粒尺寸调整光栅显微区域。移动载物台，使光束对准金镜，按照设置好的仪器条件（8.2）运行仪器程序扫描金镜背景。

8.3.4 移动载物台，使疑似微塑料颗粒正对光束位置，调节亮度，使光栅视窗内疑似微塑料颗粒视野达到最清晰效果，运行仪器程序扫描目标物，采集目标物红外特征光谱。

8.3.5 将采集到的红外特征光谱扣除金镜背景，并进行Kramers-Kronig校正，即为疑似微塑料颗粒红外光谱图。

8.3.6 疑似微塑料颗粒红外光谱图与标准谱有70 %以上的匹配度可认定为相应的物质。最后根据鉴定结果统计微塑料丰度。

9 数据分析与计算

9.1 目标物的定性分析

将目标物的红外光谱图与标准谱图联机检索对照，根据拟合度进行定性分析。若样品组分复杂，需进一步进行人工谱图比对，确认定性结果。

9.2 目标物的定量分析

计算经定性分析确认为塑料成分的目标物的数量，结果记录于附录A中表格内。

9.3 海水中微塑料丰度计算

9.3.1 采水样品

使用采水器采样时，按公式（1）计算采水样品微塑料丰度：

$$A = \frac{N}{V_1} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A —海水中微塑料的丰度，单位为个/每升（items/L）；

N —微塑料的个数，单位为个（items）；

V_1 —过滤海水的总体积，单位为毫升（mL）。

9.3.2 网采样品

使用水平拖网采样时，按公式（2）计算水体微塑料丰度：

$$D = \frac{N}{W \times H \times L} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

D ——微塑料丰度，单位为个/立方米（items/m³）；

N ——样品中微塑料数量，单位为个（items）；

W ——采样网具的网口宽度，单位为米（m）；

H ——采样网具的水下部分网口高度，单位为米（m）；

L ——调查船拖网时行驶的距离，单位为米（m）。

9.3.3 沉积物微塑料丰度计算

进行沉积物微塑料采样时，按公式（3）计算沉积物微塑料丰度（干重）：

$$D = \frac{N}{Q \times (1 - w_0)} \dots\dots\dots (3)$$

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 ——沉积物样品的重量（湿重），单位千克（kg）；

w_0 ——沉积物样品的含水率，单位%。

10 测定范围、精密度和准确度

本标准微塑料大小的测定范围为0.01mm~5mm。精密度和准确度的验证根据GB17378.2实验室加标空白法进行测定。加标空白样品的制备方法是将适量已知成分的微塑料颗粒加入1000mL高纯水中。制备和分析5~7个实验室加标空白的平行样，其微塑料丰度大概在5个·L⁻¹~15个·L⁻¹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），每种组分的回收率应80%~100%之间，相对标准偏差应小于10%。

11 质量控制

11.1 实验室质量控制要求采水样进行全程序空白分析。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过程是否受到污染。每批样品应至少测定一个全程序空白。如果测定结果表明过程有不可忽略的沾污，应查明污染源来源并进行消除。

11.2 应特别注意实验室污染对实验结果的影响，实验前使用酒精擦拭实验台，实验器具使用前应用超纯水冲洗3遍以上，烘干后备用；实验所用玻璃纤维滤膜孔径应 $\leq 5\text{ }\mu\text{m}$ ；实验所用溶剂均使用玻璃纤维滤膜过滤备用；抽滤完成后使用超纯水洗净烧杯内壁和抽滤装置；实验用敞口器皿需使用铝箔覆盖，药品或试剂使用完毕后应及时封口；实验进行时关闭门窗并避免随意走动；操作人员操作实验过程中应全程穿着纯棉实验服。若中途停止实验，需将容器用铝箔封口。每次实验应设置3个空白对照。

附 录 A

(资料性附录)

表 A.1～表 A.3 给出了通用的记录表格。
表 A.1 给出了微塑料采样记录表（海水-拖网法）的内容与格式。

表 A.1 微塑料采样记录表（海水-拖网法）

监测单位： 日期： 天气状况：
监测海域： 监测船： 海况：

站位编号	样品编号	采样面积 (m ²)	采样时间	起点经纬度	终点经纬度	备注
备注：						
风速： 风向：						
采样网具规格：						

采样： 校核： 审核：

表 A.2 给出了微塑料采样记录表（海水-采水器法）的内容与格式。

表 A.2 微塑料采样记录表（海水-采水器法）

监测单位： 日期： 天气状况：
监测海域： 监测船： 海况：

站位编号	样品编号	采样时间	采样经纬度	采样深度（m）	采样体积（L）	滤膜编号
备注：						
风速： 风向：						
滤膜规格：						

采样： 校核： 审核：

表 A.3 给出了微塑料外业调查记录表（沉积物-采泥器法）的内容与格式。

表 A.3 微塑料外业调查记录表（沉积物-采泥器法）

监测单位： 日期： 天气状况：
监测海域： 监测船： 海况：

站位编号	样品编号	采样时间	采样经纬度	采样深度 (m)	采泥器采样面积 (m ²)	样品重量 (g)
备注：						
风速： 风向：						
采泥器规格：						
采样：		校核：		审核：		

附件 2

《海洋环境中微塑料的测定技术规程》

（征求意见稿）编制说明

《海洋环境中微塑料的测定技术规程》

福建拓普检测技术有限公司团体标准编制组

二零二三年九月

项目名称：海洋环境中微塑料的测定技术规程

承担单位：福建拓普检测技术有限公司

主要起草单位：福建拓普检测技术有限公司、福建拓普特种设备有限公司、自然资源部第三海洋研究所、福建师范大学、闽江学院、厦门市华测检测技术有限公司、福建中科环境检测技术有限公司、福州市红庙岭垃圾综合处理中心。

编制组主要成员：陈金爱、林锦、俞晓民、矫立萍、林玉满、陈克华、陈强、王盛志、彭映先、林仞、谢海琳、艾松。

一、编制工作简况

1、编制背景和目标

为完善跟规范海洋环境中微塑料的测定，更好地为生态环境保护事业服务，2022年11月9日经福建省环境监测行业协会立项，制定本标准。

2、工作过程

2022年11月开始本标准的起草工作，调研和收集资料，拟定标准框架。

标准编制过程中主要参考了DB37/T4323-2021《海水增养殖区环境微塑料监测技术规范》、DB21/T2751-2017《海水中微塑料的测定傅立叶变换显微红外光谱法》、GB17378.3-2007《海洋监测规范 第3部分：样品采集、贮存与运输》等标准的规定。2022年11月~12月上旬，完成本标准的编写，并征集福建省高校行业专家及环境监测行业专家的意见，讨论修改后，于2022年12月中旬，向福建拓普检测技术有限公司、福建拓普特种设备有限公司、自然资源部第三海洋研究所、福建师范大学、闽江学院、厦门市华测检测技术有限公司、福建中科环境检测技术有限公司、福州市红庙岭垃圾综合处理中心等8家单位发出征求意见，汇总这几家单位的意见进行修改后，于2023年09月中旬形成《海洋环境中微塑料的测定技术规程》（征求意见稿）。

3、标准制订的必要性分析

研究表明，微塑料难以被人体代谢吸收，未能排出的部分会在体内累积，超过一定量则有可能造成消化道和细胞不同程度受损，引发局部炎症，破坏免疫系统。特别是微塑料中含有的部分化学物质，容易扰乱人体内分泌

泌系统，导致糖尿病、肥胖症等疾病，甚至会造成胎儿以及儿童神经系统损伤。所以有必要对微塑料的污染状况进行监测。

二、标准编制主要内容

1、标准主要技术内容

标准主要内容如下：

第一章为适用范围：概述本标准的主要内容和适用范围。

第二章为规范性引用文件：描述了本标准中引用的相关标准文件和法律法规。

第三章为术语和定义：列出了微塑料和微塑料丰度的术语及其定义。

第四章为方法原理：标准使用体视显微镜和傅立叶变换显微红外光谱仪对海洋环境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。首先使用体视显微镜观察滤膜上目标物，记录目标物的颜色、大小及形状。随后使用傅立叶变换显微红外光谱仪对微塑料进行化学成分鉴定。反射吸收光谱(reflection)在 $4000\text{cm}^{-1}\sim 750\text{cm}^{-1}$ 波数范围内，采用配有半导体碲化镉和半金属化合物碲化汞混合制成的MCT(mercury cadmium telluride)检测器，对滤膜上目标物进行检测。通过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。最后，确定成分为塑料的目标物的数量。

第五章为试剂及配制：列出测定过程使用的试剂和配制要求。

第六章为仪器和设备：列出测定过程使用的仪器和设备要求。

第七章为样品采集与保存：阐述了采水样品、网采样品和沉积物样品的采样要求和保存要求。

第八章为样品分析：阐述了采水样品、网采样品和沉积物样品的分析步骤和要求。

第九章为数据分析和计算：列出了采水样品、网采样品和沉积物样品的微塑料丰度计算公式。

第十章为测定范围、精密度和准确度：规定了标准的测定范围、精密度和准确度。

第十一章为质量控制：规定了采水样品、网采样品和沉积物样品的微塑料测定过程的质量控制要求。

2、主要试验（或验证）情况分析

在福建省近岸海域环境监测站专家指导下进行采样，并将样品分送自然资源部第三海洋研究所、福建师范大学和深圳华测检测公司进行检测。这三家检测结果经比对合格。

3、标准中涉及专利的情况

无。

4、预期达到的效益（经济、效益、生态等），对产业发展的作用

通过宣贯、实施本标准，可以提升社会化生态环境监测服务机构微塑料监测工作水平，规范海洋环境中微塑料的测定过程。为社会化生态环境监测服务机构及高校科研机构测定海水中微塑料丰度提供科学、规范的依据。

5、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调

性

本标准编制依据《中华人民共和国海洋环境保护法》、《中华人民共和国环境保护法》、DB37/T4323-2021《海水增养殖区环境微塑料监测技术规范》、DB21/T2751-2017《海水中微塑料的测定傅立叶变换显微红外光谱法》、《中华人民共和国标准化法》、《团体标准管理规定》等法律法规和有关标准制定，具有较强的可操作性。

6、标准实施建议

本标准为团体标准，供生态环境监测行业协会会员使用，其他社会各界环境检测机构自愿采用。

附件 3

团体标准征求意见稿反馈表

标准名称		《环境空气和废气 臭气的测定 三点比较式臭袋法》 (征求意见稿)		
提出单位/专家		(单位盖章)		
联系人/电话				
序号	所在页次	原内容	修改意见内容	理由或依据

(纸面不敷, 另可增页)

