

《城市河道中微塑料的测定 傅里叶变换微红外光谱法》

编 制 说 明

标准编制组

2023年8月

目 次

1	立项背景.....	1
2	标准的基本内容及定位.....	1
3	标准制定的必要性分析.....	2
4	标准编制的依据、原则和思路.....	2
5	国内外场地土壤损害评估价值量化技术现状及发展趋势.....	3
6	标准的主要技术内容.....	5
7	标准工作开展情况.....	6
8	方法验证和比较.....	7

城市河道中微塑料的测定 傅里叶变换微红外光谱法

标准编制说明

1 立项背景

近年来，新污染物的治理问题得到越来越多的重视，深入打好污染防治攻坚战的意见和“十四五”规划纲要都对新污染物治理做出明确安排和部署，要求制定新污染物治理行动方案。微塑料是一种新型污染物，微塑料在环境中的存在现状和对环境的污染受到国内外学者的高度关注。但是国内相关研究中，对于微塑料的采集、分离和鉴定分析方法、评价指标和计量统计单位多样，缺乏统一、标准化的分析检测方案，导致不同研究之间的研究结果之间缺乏可比性，也不利于开展研究、调查机构对于微塑料的监测和管控工作。为此，辽宁省沈阳生态环境监测中心承担了本项目研究。项目组在研究过程中，针对微塑料分析方法，采样方式和前处理方式都进行了研究。为此，特向辽宁省环境监测协会提出团体标准制订的申请。

经在辽宁省环境监测协会立项，标准项目组编制完成了《城市河道中微塑料的测定 傅里叶变换微红外光谱法》、编制说明及相关技术报告。

2 标准的基本内容及定位

2.1 标准的主要内容

根据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》及附件《国家环境保护技术法规（标准）前言和内容参考格式》《其他国家环境保护标准前言和内容参考格式》，本标准应包括前言、适用范围、规范性引用文件、术语和定义、主要技术内容要求五个组成部分。本标准以沈阳浑河流域为研究对象，借助高倍立体显微镜、傅里叶红外光谱仪和扫描电镜等设备对微塑料丰度进行分析，并自制微塑料采样和分离系统。在此基础上，对于城市河道中微塑料的采集、分离和鉴定分析方法、评价指标和计算方法进行系统性研究。

2.2 标准定位及作用

微塑料是一种新型污染物，微塑料在环境中的存在现状和对环境的污染受到国内外学者的高度关注。但是国内相关研究中，对于微塑料的采集、分离和鉴定分析方法、评价指标和计量统计单位多样，缺乏统一、标准化的分析检测方案，导致不同研究之间的研究结果之间缺乏可比性，也不利于开展研究、调查机构对于微塑料的监测和管控工作。

本标准的制定，可以为城市河道体中微塑料的检测过程中涉及的样品采集、保存、分离和检测分析的等环节提供规范统一的方法，对后续城市河道等淡水环境中微塑料污染现状的调查，及相关研究的积累奠定基础。

标准制订并实施后，相关行业和管理部门，可参考此标准对城市河道体中的微塑料进行监测，对

污染状况进行统计建档，填补了当前对微塑料检测方法的空白，为环境的治理和相关污染的管控提供科学的理论依据和技术支撑，具有重要的科学与现实意义。

3 标准制定的必要性分析

3.1 生态环保工作的需要

大多数塑料制品在自然环境下极难降解，自塑料诞生之日至今，已经有十几亿吨塑料释放到环境中，需要千、万年才能完全降解。塑料在降解过程中，会形成越来越小的塑料碎片，经过物理降解、光降解和生物降解作用，会进一步分解形成粒径小于 5 mm 的微塑料，危害极大且很难检测和回收。微塑料的碎片和颗粒在水生环境中变得越来越丰富，成为水体环境污染最普遍的威胁之一。微塑料具有尺寸小、比表面积大、难降解、易吸附等特点，可与环境中典型污染物如抗生素、重金属和农药等持久性有机污染物产生复合污染，增大其毒性。微塑料还可以通过直接或间接途径进入食物链中，将吸附的污染物和化学添加剂输送到生物体中，并随着在食物链不断富集，从而对生物及其生态环境构成很大安全隐患。

3.2 维护人类健康的需要

环境科学领域权威期刊《环境国际》上的研究显示，荷兰科学家在人类血液中发现微塑料；同年，美国科研人员在人体肺部所有区域都发现了塑料微粒；今年，来自美国国家标准与技术研究院的化学家队开展的一项新研究，带有防水涂层——低密度聚乙烯内衬的一次性纸杯，在接触 100 °C 热水短短 20 分钟后，释放的微塑料颗粒密度可达 1012/L。这意味着喝下一杯 300 ml 的外带热咖啡，将有上千亿微塑料颗粒进入体内，研究人员推算，这意味着平均每 7 个身体细胞就会吸收一个微塑料颗粒。

作为一类新型污染物，微塑料已受到国内外学者的高度关注，但目前的微塑料污染调查主要集中在海洋环境。研究表明海洋环境中的微塑料污染在河口地区尤为严重，城市河道是微塑料的汇集与迁移的主要载体，是近海水体中微塑料的重要来源。同时城市河道水体等内陆城市水体环境与人类接触更为频繁，对人类潜在危害更大。近期调查发现，城市湖泊和河流普遍受到了微塑料污染，微塑料丰度最高可达 $(8925 \pm 1591) \text{ind} \cdot \text{m}^{-3}$ 。

3.3 技术发展建设地需要

我国关于微塑料污染的相关的研究刚刚起步，国内城市河道等淡水环境的微塑料污染相关研究极少，城市河道等淡水环境中微塑料赋存水平和分布状况的基础数据十分匮乏。现阶段，缺乏城市河道水体中微塑料检测方法的标准，不利于开展微塑料污染调查和开展管控工作。基于国家塑料污染治理计划，加强对新兴污染物监测和治理能力建设的的要求，有必要开展城市河道中微塑料测定标准的研究，为将来微塑料防治战略提供技术支持。

因此，亟须建立城市河道体中微塑料的采集、保存、前处理和检测分析的标准化方法。

4 标准编制的依据、原则和思路

4.1 标准编制的依据

标准编制原则具体看下表 1。

表 1 标准编制依据

标准中相应的部分	依据的标准编号	依据的标准名称
标准的结构	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》
国际单位	ISO 80000-1-2009	《量和单位 第 1 部分：总则》
“参考文献”的编写	GB/T 7714-2015	《文后参考文献著录规则》
术语	GB 3838	《地表水环境质量标准》
	GB 5749	《生活饮用水卫生标准》
	GB/T 32198	《红外光谱定量分析技术通则》
	HJ/T 91-2002	《地表水和污水监测技术规范》

4.2 标准编制的原则

本标准主要对城市河道中微塑料的测定进行了指导性说明。在参考国内外经验的基础上，以城市河道中微塑料实际监测工作中遇到的情况和问题基础上制定了本标准。

本标准严格遵守我国相关法律法规、司法解释和标准，借鉴适合我国国情的国际标准，从技术角度来贯彻法律法规规定的要求；对城市河道中微塑料采集和前处理方式进行科学规范，制定适用于城市河道中微塑料样品采集、前处理和分析方法，在保证监测工作的实施成本合理，规定监测分析结果的准确性，精确性，规定试验人员的操作规范并要求不受第三方的干扰；并制定微塑料丰度相应的计算方法

4.3 标准编制的思路

采取文献参考研究方法，对美国、欧盟、日本的微塑料分析标准进行了认真研究，并从样品采集、前处理方法、分析方法和质量控制体系等方面进行研究，通过资料收集、整理、分析，系统研究了我国现有的微塑料监测分析方法和标准，认真梳理了我国微塑料采集和分析工作制度在海洋、环保、农业等资源管理部门的开展情况，对比分析找出了我国水体微塑料分析工作中的不足。在充分吸纳欧、美、日成功经验和做法的基础上，结合我国已开展的微塑料监测工作和相关实践及取得的成果，以构成的适合城市河道中微塑料的测定方法，通过大量实际验证，同时广泛征求各方专家和地方环保和司法部门人员的意见，完善本标准。

5 国内外微塑料监测现状及发展趋势

5.1 国内外研究现状

2004 年，Thompson 在《Science》杂志上发文，首次证实在显微镜下观察到微塑料碎片和纤维广泛存在于海洋环境中[13]，对微塑料这一种新型污染物的研究奠定了基础，并重新引起了各国专家学者对微塑料污染的关注。早在 20 世纪 80 年代，我国学者就在一些海岸环境和生物体内发现了塑料制

品的存在，由于当时的经济发展水平有限，不具备大量生产和使用塑料产品的条件，所以在微塑料污染的起始阶段，并不是困扰我国生态环境的主要问题，未引起重视，也导致我国微塑料研究在起始阶段落后于西方国家。进入 21 世纪后，我国的工业、经济水平突飞猛进，城市化进程稳健发展，但随之而来的各种环境污染问题日益凸显，“白色污染”逐步得到重视，开始不断地对微塑料污染问题进行探索。

当前国内外对微塑料的研究方向大概分 5 类，主要包括：

- 1) 通过对微塑料赋存特征研究，主要是对微塑料形状、尺寸、颜色、丰度及聚合物类型等研究。
- 2) 微塑料输入、输出通量计算，通过研究入海口、水库、河流等水体的平均流量与不同层水中的微塑料丰度，计算微塑料通量。
- 3) 微塑料潜在生态风险评估研究，有助于了解微塑料风险等级及防控提供科学依据。
- 4) 微塑料对生物体的毒性作用研究及迁移转化研究，通过对不同生物体和生物体不同器官开展微塑料的毒性研究。
- 5) 微塑料的去除和分解方法研究。

5.2 海洋微塑料研究进展

海洋是微塑料的主要的归宿之一，研究海洋微塑料能了解全球不同地域的微塑料污染水平。研究发现北极的微塑料丰度比北太平洋高出 2 个数量级，说明微塑料可能随着洋流在全球海洋内迁移，到达极地后使其成为微塑料的归宿。微塑料由于尺寸小、质量轻、密度低，能够在风力、负载生物量、洋流、水流等外力作用下向远距离的地区传输。目前在世界上的最深处，即马里亚纳海沟中也已检测到微塑料存在，说明微塑料已经遍布全球海域的各个角落。亚热带气旋与反气旋海水区域中发现反气旋海水区的微塑料丰度是气旋区的 9.4 倍。同年在马尔代夫北尼兰杜环礁研究发现，环礁偏远且人流量少，可仍在海水和沉积物中发现微塑料存在，丰度分别为 $0.32 \pm 0.15 \text{ n/m}^3$ 和 $22.8 \pm 10.5 \text{ n/m}^2$ ，使用傅里叶红外光谱仪（FTIR）检测出聚合物类型有聚苯乙烯（PS）、聚乙烯（PE）、聚酰胺（PA）、聚丙烯（PP）等，其中发现烧焦的塑料颗粒普遍分布在有人居住的岛屿附近，这可能与海岸线焚烧塑料垃圾有关。在中国海域内也发现了微塑料，在东海检测微塑料丰度 $0.011 \pm 2.198 \text{ n/m}^3$ （刘涛等，2018）。渤海表层水域检测到微塑料丰度为 $0.33 \pm 0.36 \text{ n/m}^3$ （Zhang et al., 2017）。在南沙群岛偏远珊瑚礁环礁采集的所有地表水样本中都检测到了微塑料，其丰度范围为 $0.0112 \sim 0.149 \text{ n/m}^3$ （Tan et al., 2020）。与世界各地其他海洋相比，中国海水中微塑料丰度含量属于中等水平。随着海洋中微塑料的来源、分布特征及对水中生物影响的研究增多，文章数量在不断增加。与海洋相比，淡水环境中微塑料研究较少，不过微塑料污染状况与海洋相当甚至更加严重。可见，内陆水域中人类活动更加频繁，淡水环境中微塑料污染非常需要关注。

5.3 淡水水域微塑料研究进展

河流作为微塑料传递运输的主要媒介之一，承载其在空间上移动的重要作用，有关微塑料研究也

相继从远洋、近海、海口等海洋区域延伸到内陆河流及湖泊。在 2017 年，韩国洛东江检测到微塑料丰度为 $293 \pm 83 \sim 4760 \pm 5242 \text{ n/m}^3$ ，沉积物中丰度为 $1970 \pm 62 \text{ n/kg}$ ，并估计微塑料输入量高达 5.4 万亿~11 万亿个，重量有 53.3~118 吨 (Eo et al., 2018)。澳大利亚温带城市河流沉积物含量为 $6.3 \pm 4.3 \sim 160.1 \pm 139.5 \text{ n/kg}$ (Nel et al., 2018)。

中国地域辽阔，内陆水域众多，关于微塑料的研究也在不断地开展。Su 等人 (2016) 报道了太湖表层水微塑料丰度为 $3.4 \sim 25.8 \text{ n/L}$ ，沉积物为 $11 \sim 234.6 \text{ n/kg}$ 。2019 年，研究报道珠江微塑料丰度为 $140 \pm 10 \sim 1960 \pm 10 \text{ n/m}^3$ ，珠江口沉积物丰度为 $258 \pm 133 \text{ n/kg}$ (Fan et al., 2019)。同年，在江西省鄱阳湖检测到地表水、沉积物及野生鱼类中的微塑料丰度，分别是 $5 \sim 34 \text{ n/L}$ ， $54 \sim 506 \text{ n/kg}$ 及每条鱼内有 $0 \sim 18 \text{ n}$ 微塑料 (Yuan et al., 2019)。Di 等人 (2018) 研究报道了三峡水坝的地表水及沉积物中微塑料丰度为 $1597 \sim 12611 \text{ n/m}^3$ 和 300 n/kg (湿重)，甚至在青藏高原河流中也检测出微塑料，即表层水微塑料含量为 $483 \sim 967 \text{ n/m}^3$ ，沉积物中微塑料含量为 $50 \sim 195 \text{ n/kg}$ (Jiang et al., 2019)。总体而言，我国内陆水体环境广泛存在微塑料，且微塑料污染情况远高于海洋水体。

对于微塑料的赋存状态，只是微塑料研究的第一步，还需对其进行深入研究，有关微塑料来源、潜在的生态风险评价及毒理性效应研究，是环境中微塑料研究的重要部分。

6 标准的主要技术内容

6.1 适用范围

根据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》及附件《国家环境保护技术法规(标准)前言和内容参考格式》《地表水和污水监测技术规范》(HJ/T 91-2002)，本标准规定了使用傅里叶变换微红外光谱仪对城市河道中微塑料的流程和测定方法。

根据《红外光谱定量分析技术通则》(GB/T 32198)相关规定，本标准适用于使用傅里叶变换微红外光谱仪测定地表水中粒径 $0.02 \text{ mm} \sim 5 \text{ mm}$ 的微塑料的测定。

6.2 术语和定义

为了使本标准容易理解与应用，我们对城市河道、微塑料、微塑料丰度、微塑料成分和微塑料的形貌共 5 个术语进行了规定。

1) 城市河道：本标准中城市河道是指城市街道等建筑物周围的河流，或者是沿河建有郊道、游客步道等城市生活建筑物及其附属设施。它在城市发展中起着重要作用，从自然和文化两个方面考虑，它们都是城市发展的重要组成部分，能够改善城市环境，调节河流水体，为城市居民提供休闲和观光服务，同时也是城市地貌形态的重要组成部分。城市河道的交通便利，河流的景观可以创造出独特的城市风貌，有助于提升城市地文化氛围和旅游观光价值，最大限度地改善市民的生活质量及城市的规划景观。

2) 微塑料：2004 年，英国普利茅斯大学的汤普森等人在《科学》杂志上发表了关于海洋水体和沉积物中塑料碎片的论文，首次提出了“微塑料”的概念，指的是直径小于 5 毫米的塑料碎片和颗粒，

此概念已被微塑料学术界普遍认同。实际上，微塑料的粒径范围从几微米到几毫米，是形状多样的非均匀塑料颗粒混合物，本标准中微塑料是指颗粒尺寸小于 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）、聚氨酯（polyurethane PE）和聚对苯二甲酸乙二醇酯（Polyethylene Terephthalate, PET）七大类常见聚合物

3) 微塑料丰度：是指一种化学元素在某个自然体中的重量占这个自然体总重量的相对份额（如百分数）。丰度的内涵：形状、大小、成分、个数。本标准中微塑料丰度是指单位水体积中含有微塑料的数量，以每升水中微塑料个数表征或每立方米水中微塑料个数表示。

4) 微塑料成分；微塑料颗粒主体成分所含的聚合物种类。

5) 微塑料的形貌：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、透明以及其他；形状可分为球形、薄膜、碎片、纤维状。

6.3 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城市河道中的微塑料进行测定。样品经分离、净化后，目标物被抽滤至滤膜上。首先使用显微红外光谱仪上显微镜观察滤膜上目标物，记录目标物的颜色、大小及形状并进行统计。采用显微红外光谱仪对滤膜上的目标物进行检测。通过将采集到的目标物红外光谱图与标准谱图以及聚合物特征谱带对比，从而对目标物进行定性分析。最后统计微塑料的数量，计算丰度。

6.4 实验分析方法

实验内容见下表 2，具体实验部分见《城市河道中微塑料的测定-傅里叶变换显微红外光谱法》标准正文部分。

表 2 微塑料傅里叶变换显微红外光谱试验分析内容

名称	内容
试验目的	傅里叶变换显微红外光谱法测定城市河道中微塑料
试验对象	城市河道中的微塑料
试验方法	傅里叶变换显微红外光谱法
试验仪器	傅里叶变换显微红外光谱仪
试验中应注意的事项	全过程空白分析，以及质量控制

7 标准工作开展情况

7.1 工作简况

项目名称：城市河道中微塑料的测定 傅里叶变换微红外光谱法

任务来源：2022 年辽宁省生态环保厅科研计划。起草单位：辽宁省沈阳生态环境监测中心。

归口单位：辽宁省生态环境监测学会

编制和协作单位：

辽宁省沈阳生态环境监测中心组建于 1975 年，隶属于辽宁省生态环境厅的公益性行政事业单位，每月都进行沈阳市环境介质采样和污染物监测工作。本中心有丰富的标准制定经验，承担国家环境监测分析方法与检测技术体系研究 25 项；承担国家技术标准的制修订工作 38 项；研究成果获国家、省（部）、市级科技进步奖 40 余项，可以很好地完成标准研究和起草工作。

沈阳建筑大学是以建筑、土木、材料科学、环境工程等学科为特色，以工为主，多学科门类协调发展的省部共建高等学校，原隶属于国家建设部，2000 年在国家办学管理体制中划归辽宁省管理，2010 年成为国家住房和城乡建设部与辽宁省人民政府共建高校。学校现有建筑学、城乡规划学、风景园林学、土木工程、机械工程 5 个博士学位授权一级学科，土木工程、机械工程 2 个博士后科研流动站，16 个硕士学位授权一级学科，15 个硕士专业学位授权点。5 个学科入选省一流学科重点建设学科，7 个专业获批辽宁省普通高校首批一流本科教育示范专业，学校入选省一流大学建设高校。

本标准前期所需进行的所有实验均可以在辽宁省沈阳环境监测中心实验室和沈阳建筑大学材料科学与工程学院完成。沈阳建筑大学拥有材料结构表征及性能测量所需的傅里叶红外光谱仪、X 射线衍射仪、激光粒度分析仪、扫描电子显微镜、X 射线荧光分析仪、力学性能测试机、材料密度测量设备、热重测量设备等，可以为项目的顺利进行提供设备保障。

7.2 工作过程

2022 年 7 月组建了标准起草工作组，由辽宁省沈阳生态环境监测中心的工作人员组成，包括具有标准制定经验的科研人员、分析技术人员。标准起草工作组讨论了具体的工作过程、拟定了相应的工作计划。经过讨论，标准的名称为《城市河道中微塑料的测定 傅里叶变换微红外光谱法》，本标准的制定是为城市河道体中微塑料样品的采集、保存、分离和采用显微红外检测分析等环节提供规范统一的方法。

具体工作计划如下：

2022 年 7 月，组建了标准起草工作组，由辽宁省沈阳生态环境监测中心的工作人员组成，包括具有标准制定经验的科研人员、分析技术人员。标准起草工作组讨论了具体的工作过程、拟定了相应的工作计划。

2022 年 8 月：工作组进行调研。

2022 年 8 月-2022 年 10 月：工作组开展测试方法的研究。

2022 年 10 月：工作组完成方法研制。

2022 年 12 月，标准起草单位辽宁省沈阳生态环境监测中心根据实验内容撰写标准草案。

2023年1月，标准起草单位北辽宁省沈阳生态环境监测中心根据实验内容完善标准草案，准备比对样品并发放，组织国内比对。

2023年3月，回收整理数据，完成征求意见稿。

2023年4月，工作组面向社会公开征求意见，形成意见汇总表，并对征求意见稿进行修改，形成标准送审稿。

2023年5月，计划召开本标准的审查会，专家一致通过标准审查，并提出了修改意见。工作组按照专家意见对标准送审稿进行修改完善，形成标准报批稿。

8 方法验证情况

8.1 试验验证情况

参加比对单位：辽宁省生态环境监测中心、辽宁省抚顺生态环境监测中心、辽宁省鞍山生态环境监测中心、沈阳市生态环境事务服务铁西分中心、沈阳建筑大学材料工程学院。

比对样品：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 500ml 过滤后的地表水中，制备 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。

比对试验：对样品为单次使用，每家比对单位分别对同一批次的样品进行测试，实验操作详见标准。经统计，比对试验结果不确定度在 82%~117%，比对结果为满意，说明该方法具有良好的可操作性。

8.2 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，开启了学术界对海洋微塑料的广泛研究。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。

目前国内外尚无城市河道体中微塑料检测分析的相关标准。

8.3 与有关的现行法律法规和强制性标准的关系

本部分编制原则符合国家的有关法规法律，与强制性标准协调一致。

