《地表水微塑料监测技术规范 (征求意见稿)》 编制说明

项目名称: 地表水微塑料监测技术规范

承担单位: 江苏省南通环境监测中心、自然资源部第二海洋研

究所、南京农业大学

编制组主要成员: 武攀峰、吴亚萍、张鑫鑫、王靖宜、吴为、黄伟、

方迪、彭模、付丹

目 录

1.	目的意义	1
	1.1 微塑料对环境及人体的危害	1
	1.2 相关生态环境保护工作的要求	1
	1.3 微塑料污染的特殊性	2
	1.4 技术规范研究目标	2
2.	任务来源	2
3.	编制过程	3
	3.1 成立技术规范编制组	3
	3.2 标准制定可行性	3
	3.3 起草过程	4
4.	主要内容及技术指标确立	4
	4.1 标准制定原则	4
	4.2 技术路线	5
	4.3 方法原理	6
	4.4 微塑料定义及分类	6
	4.5 操作步骤	6
	4.6 仪器设备	7
	4.7 试剂和材料	8
	4.8 微塑料采样方式	8
	4.9 样品前处理	9
	4.10 目视分析	. 10
	4.11 鉴定分析	. 10
	4.12 结果计算	. 11
	4.13 质量控制	. 11
5.	重大分歧意见的处理过程和依据	. 12

7.	推广实施建议	12
8.	起草单位和起草人员信息及分工	12
9.	方法验证	12
	9.1 验证实验室和验证人员	12
	9.2 验证方案	13
	9.3 方法验证过程	14
	9.3.1 验证过程	14
	9.3.2 验证结论	14
10). 参考文献	14
阼	件1 方法验证报告	17

1. 目的意义

1.1 微塑料对环境及人体的危害

塑料是现代社会最常见的产品。由于其优异性能和较低的成本,塑料制品被广泛 使用, 而塑料废弃物也不可避免地大量产生。据报道, 其中每年约有 900-1400 万吨 塑料废弃物进入水生生态系统。自20世纪60年代以来,人们就已经发现环境中存在 着大量的塑料颗粒。2004 年"微塑料"(MPs)一词首次用来描述环境中的微小塑料 碎片,标志着微塑料研究的开始。微塑料以高分子化合物的形式存在,其中含有过量 的单体和添加剂。这些成分会随着微塑料的环境积累不断释放,对当地的生态环境构 成巨大威胁。近20年对微塑料的研究表明,微塑料广泛存在于海洋、河流、湖泊、 土壤等环境中, 而且从原生动物到顶级掠食者, 微塑料会通过食物链逐层富集, 最终 进入人体,转移到了血液和各器官中,甚至能够穿过血脑屏障,侵害神经元和大脑系 统^[1]。微塑料表面的疏水性,使得它对有机污染物具有较强的吸附作用,附着许多细菌、 病毒等微生物的微塑料在环境中迁移或转移进入生物体内,加剧了潜在的环境和健康 风险[2]。已有研究表明,水生生物体中的微塑料会干扰其内分泌系统和生殖系统,从 而影响其生长发育和繁殖能力[3]。此外,微塑料可以与其他污染物发生化学反应,生 成更为复杂的二次污染物,产生更高的复合毒性。因此微塑料对人体的影响不可忽视, 需要采取有效的措施来减少微塑料对环境和人类健康的危害,但由于微塑料的环境浓 度和来源依然不清,微塑料的相关监测技术开发已经到了刻不容缓的地步,国内和国 际上已经在逐步探索并建立微塑料的监测技术体系。

1.2 相关生态环境保护工作的要求

近年来,国家层面正积极将包括微塑料在内的新污染物纳入环境风险防范体系,新污染物治理工作已是箭在弦上。从 2022 年起,新污染物治理连续三年被写入我国"两会"政府工作报告。新污染物的监测和管控已成为"十四五"期间,也将会是"十五五"生态环境工作的热点、重点和难点。

2022 年 5 月 4 日国务院办公厅印发的《新污染物治理行动方案》提出要加强能力建设,夯实新污染物治理基础,建立完善技术标准体系,对微塑料等重点新污染物制定"一品一策"管控措施,建立健全有关地方政策标准等。2023 年 12 月 27 日《中共中央 国务院关于全面推进美丽中国建设的意见》要求"持续推进新污染物治理行动",并计划到 2035 年,"无废城市"建设实现全覆盖,东部省份率先全域建成"无废城市",新污染物环境风险得到有效管控。2024 年 7 月 18 日《中共中央关于进一步全面深化改革 推进中国式现代化的决定》明确指出,要健全生态环境治理体系,建立新污染物协同治理和环境风险管控体系,推进多污染物协同减排。

山东省于 2021 年发布地方标准《海水增养殖区环境微塑料监测技术规范》(DB37/T 4323—2021)^[4],美国、欧盟等国家和地区已经开始对微塑料进行管控,并制定了饮用水、海水中的微塑料浓度监测方法,ISO 也于 2023 年发布了《环境中微塑料的分析原则》(ISO 24187-2023)^[5]。经调研,编制组发现国内和国际现有技术规范主要针对海洋和饮用水,暂无专门针对地表水微塑料的监测技术规范。而河流是陆地污染物进入海洋环境的重要"汇"和"源",微塑料丰度通常较高,也是海洋微塑料的重要来源,据估计,每年有 80 万至 270 万吨塑料被输送到海洋,占海洋塑料碎片的 80%^[6],同时河流和湖库等地表水也是重要的饮用水水源地。开展地表水微塑料监测技术方法的研究,可以为探究微塑料在内陆和海洋间的迁移输送规律提供重要的数据支持,对于填补标准规范的空白、加强微塑料管控和保障饮用水安全均具有非常重要的意义。

1.3 微塑料污染的特殊性

进入到环境中塑料不会消失,而是逐步老化破碎为小的微塑料颗粒,并不断积累。微塑料污染不同于其他污染物,形成原因复杂,农业、工业、居民生活、交通运输等过程都会产生微塑料污染^[7];时间空间分布不均匀,在水体不同位置分布差异较大,随着水流、潮汐、丰枯水期变化,微塑料会随水流迁移,在迁移过程中又会发生沉降、吸附等现象,造成水体表层和沉积物中微塑料浓度较高,中间层较低。微塑料颗粒的尺寸、形状、聚合物成分、添加剂、老化时间都会影响其物理和化学性质。若使用常规监测手段,难以取得具有代表性的样品,准确反映监测对象的微塑料污染状况。因此需要针对其特殊性质,开发具有针对性的监测方法,保证监测数据准确可靠、有代表性。

1.4 技术规范研究目标

作为一种特殊的污染物,与其他污染物在采样、前处理和数据处理方面差异较大,常规监测手段无法适用于微塑料的监测,急需一种专门针对地表水微塑料的监测技术规范,指导地表水微塑料的监测工作。且近年来国内外关于地表水微塑料的研究论文呈指数级增长,但不同来源的数据由于采样、前处理、数据处理方式方法不同,也需要统一的技术规范,便于实验室间数据交流比较,推动微塑料研究的进展。

2. 任务来源

根据江苏省市场监管局《关于下达 2024 年度江苏省地方标准制修订计划的通知》 (苏市监标〔2024〕143 号),由江苏省南通环境监测中心牵头,自然资源部第二海洋研究所、南京农业大学共同承担《地表水微塑料监测技术规范》(以下简称《技术规范》)标准制定任务。

3. 编制过程

3.1 成立技术规范编制组

2024 年 8 月,参与标准编制单位接到江苏省市场监督管理局下达的《关于下达 2024 年度江苏省地方标准制修订计划的通知》的任务以后,成立了《技术规范》编制 组,承担标准制定工作。

3.2 标准制定可行性

根据文献调研,国际上现已针对微塑料的监测发布多条标准或指导意见。2020 年美国材料与试验协会(ASTM)发布了《收集高、中或低悬浮固体水样以鉴定和量化微塑料颗粒和纤维的标准做法》^[13],适用于采集悬浮固体含量较高、中等或较低的水样,以确定微塑料颗粒和纤维的存在、数量、聚合物类型和物理特性。此收集方法经过验证,可用于收集饮用水、地表水、废水进水和出水以及海水的样本。ISO于 2023年发布《环境中微塑料的分析原则》^[5],介绍了在分析各种环境基质中的微塑料时应遵循的原则,包括微塑料的分类、采样工具、样品制备及代表性样品数量的确定。在针对不同情况的具体标准之前,该标准规定了各种情况下的最低要求。2024年欧盟委员会授权决定(COMMISSION DELEGATED DECISION (EU) 2024/1441)针对饮用水中的微塑料给出了分离收集、识别量化的方法,并定义了微塑料尺寸测量的方法,给出了数个优先识别的微塑料聚合物种类^[14]。

国内也有部分地区开发了地方标准,如山东省发布了地方标准《海水增养殖区环境微塑料监测技术规范》(DB/T 4323-2021),规定了海水增养殖区水体、沉积物中微塑料的监测内容与方法、样品分析、数据处理等方面的内容。辽宁省发布了地方标准《海水中微塑料的测定 傅里叶变换显微红外光谱法》(DB21/T 2751-2017),规定了利用傅里叶变换显微红外光谱法测定海水中微塑料的术语和定义、方法原理、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。

编制组从事微塑料监测工作多年,连续多年开展地表水、海洋的微塑料监测研究工作,在微塑料方面成果丰硕。近年来共承担省、市级科研课题 4 项:"微塑料区域赋存特征及监测关键技术研发"(江苏省"333 工程"项目)、"河网水系微塑料污染溯源及源解析关键技术研发"(江苏省"六大人才高峰"项目),"南通市地表水微塑料污染特征及防治对策研究"(南通市科技计划项目),"江苏近岸海域微塑料监测分析方法及生态环境效应研究"(江苏省环境监测基金项目)。发表 SCI 收录论文 2 篇,单篇最高影响因子 12.2,单篇高被引 439 次:"Seasonal Dynamics, Tidal Influences, and Anthropogenic Impacts on Microplastic Distribution in the Yangtze River Estuary: A Comprehensive Characterization and Comparative Analysis"(Journal of Hazardous Materials, 2024,影响因子 12.2);"Environmental Occurrences, Fate, and Impacts of Microplastics"(Ecotoxicology and Environmental Safety, 2019, ESI 高被引论文,他引

439次)。2021-2023年撰写研究专报3篇,其中《长江口微塑料带来新污染问题需引起重视》获中共江苏省委《信息专报》采纳,获江苏省生态环境厅首届优秀专报表彰。编制组人员在微塑料测采样、前处理、实验室分析方面技术和经验积累丰富,为《技术规范》的制订工作提供了实践基础。

3.3 起草过程

2024年8-10月,编制组查阅了中国学术期刊网络出版总库、中国重要会议论文 全文数据库,检索了我国各类环境质量标准及分析方法标准、国际标准化组织 ISO、 欧盟、美国、日本等国外标准分析方法,在此基础上确定了《技术规范》的制订原则 和技术路线。

2024年11-12月,编制组基于文献资料和前期研究结果,分析了国内外微塑料监测技术研究进展,结合我国微塑料监测标准现状,编写《技术规范》(草案),并多次召开内部讨论会,根据实际监测经验和文献调研、与其他监测单位沟通交流,不断修改完善《技术规范》(草案),保证科学性、规范性、适用性和时效性。

2024年12月和2025年4月,编制组分别在南京、南通组织召开了两次专家座谈会,邀请熟悉生态环境监测业务、微塑料分析技术、标准制修订工作的专家,对标准内容进行了论证并提出了专业意见。此外,编制组还对国内微塑料研究水平较高的机构进行了走访调研,先后调研了华东师范大学河口海岸学国家重点实验室、上海交通大学国家环境保护新型污染物环境健康影响评价重点实验室。编制组学习了先进经验,认真总结专家意见并进行修改完善。2025年3-4月,编制组邀请国内有资质的6家实验室进行标准方法验证工作,《方法验证报告》见附件一。最终形成《技术规范(征求意见稿)》及其编制说明。

2025年4月,江苏省生态环境厅组织召开了《技术规范(征求意见稿)》专家技术审查会,结论为通过。

4. 主要内容及技术指标确立

4.1 标准制定原则

规定了微塑料的定义和分类方法,规范地表水中微塑料样品的采样方式,建立微塑料样品筛选分离、消解处理、密度分离等前处理方法,推荐实验室采用的分析鉴定方法,统一数据计算处理方式,研究微塑料监测质量控制和保证技术方法,构建出一套规范化的地表水微塑料监测技术体系,应用于地表水微塑料监测工作。

4.2 技术路线

参照国内外现有的微塑料的监测规范,结合国内实际和工作基础,制定出可行的、与国际接轨并适合我国国情的微塑料监测技术规范,保证科学合理、可操作性强。针对样品采集、样品提取和分析等关键步骤,通过查阅资料和实验验证,给出最佳方案,规定使用网孔直径为(300±30)微米的拖网,采集到微塑料样品,用水清洗网底管中的样品至玻璃瓶中,经芬顿试剂消解、饱和氯化钠密度分离后,转移到滤膜上,使用目视分析记录微塑料大小、形状、颜色、数量,使用光谱法或气质法鉴定成分。并统一数据处理方式,提出质量保证和质量控制要求,保证数据准确可靠。最终将整个流程统筹归纳,建立标准化技术方法,并在国内有相关能力的实验室开展方法验证。

本标准规范立足于我国微塑料监测工作实践,以符合我国监测工作程序和监测管理需求为基础,对地表水微塑料监测工作各项操作提出规范化要求。涵盖采样准备、样品采集、前处理、分析和质量控制等环节。具体技术路线图见图 1。

方法验证单位、时间、结果、验证结论。

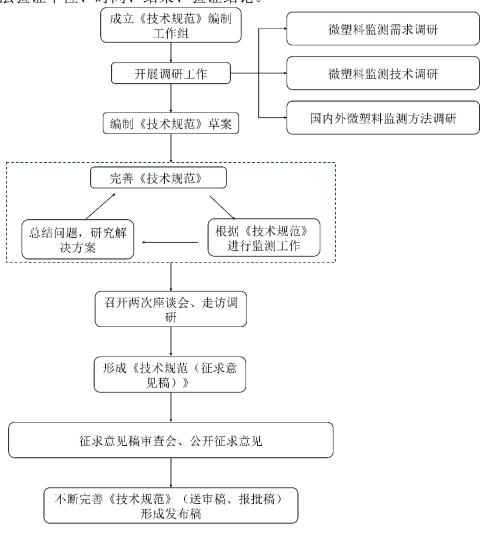


图 1 技术路线图

4.3 方法原理

通过拖网采集的地表水样品经过筛选分离、消解处理、密度分离提取后目视观测 微塑料尺寸、形状、颜色等物理特征并记录数量,采用光谱法或质谱法鉴定成分。

4.4 微塑料定义及分类

自 2004 年首次有文献提出"微塑料"这一概念以来[8,9],人们逐步完善了对微塑 料的定义。因为有证据证明,生物体能轻易摄入的尺寸上限就是5毫米,因此通常微 塑料的尺寸上限通常也是 5 毫米[8]。2009 年,美国国家海洋和大气管理局(NOAA)的 会议,将5毫米作为微塑料尺寸的上限[10]。联合国环境规划署(UNEP)也发布了关 于微塑料的报告,与 NOAA 的表达相同[11]。联合国海洋污染科学问题专家组 (GESAMP) 在 2019 年发布的《海洋塑料垃圾监测和评价指南》(Guidelines for the Monitoring and Assessment of Plastic Litter in the Ocean)中,建议将直径小于 5 毫米 作为用于监测目的的微塑料颗粒的尺寸边界上限的"通用定义"[12]。2023 年国际标 准化组织(ISO)发布的《环境中微塑料的分析原则 Principles for the analysis of microplastics present in the environment 》(ISO 24187-2023) 中,将微塑料分别定义为 大型微塑料和小型微塑料,即大型微塑料为"最大尺寸在1毫米至5毫米之间的不溶 于水的固体塑料颗粒", 小型微塑料为"最大尺寸在 1 微米至 1000 微米之间的不溶 于水的固体塑料颗粒"[5]。本《技术规范》采用通用的微塑料尺寸上限,并参照国内 外对微塑料的定义,规定微塑料为"环境中尺寸小于5毫米的不溶于水的固体塑料微 粒"。并结合监测实践和溯源要求,对微塑料形状采用的 GESAMP 推荐的分类方法, 即:线/纤维、碎片、泡沫、薄膜、球[12]。颜色按照 GB/T 15608 中规定的主要颜色和 无色彩系记录,尺寸分为三个区间统计,分别为 100~300 微米、300~500 微米、 500~1000 微米。

注: 微塑料尺寸是指根据微塑料的光学或化学图像最大宽度,自然弯曲的线状样品沿直线测量最大尺寸;

4.5 操作步骤



4.6 仪器设备

- 4.6.1 卫星导航系统。
- 4.6.2 网口流量计:流量计应定期校准。
- 4.6.3 表层水体微塑料采样器:采样网具为 Manta 网(图 2),采样网网口宽高比为 2~4,根据地表水水域大小选择网具尺寸,网口高度不大于 20cm,网衣长度不小于 2m, 网衣孔径为 (0.30±0.03)毫米,网衣末端连接网底管,内置的筛绢套孔径小于 100 微米;网口流量计 (8.2) 安装在网口中央位置;根据实际情况配备重锤。

注: 网衣材质应不与监测的微塑料成分相同。

- 4.6.4 不锈钢盆。
- 4.6.5 不锈钢漏斗。
- 4.6.6 玻璃样品瓶:1L。
- 4.6.7 pH 计。
- 4.6.8 电导率仪。
- 4.6.9 溶解氧仪。
- 4.6.10 玻璃培养皿。
- 4.6.11 不锈钢网筛: 孔径分别为 5.0 毫米 (5 目) 和 0.1 毫米 (150 目)。
- 4.6.12 铝箔纸。

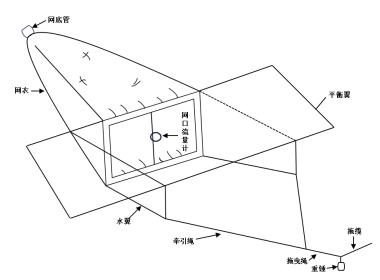


图 2 表层水体微塑料采样器示意图

- 4.6.13 恒温干燥箱: 精度±1℃。
- 4.6.14 恒温数显水浴锅: 精度±0.1℃。
- 4.6.15 烧杯: 500ml、100ml(细长型)等。
- 4.6.16 蠕动泵。
- 4.6.17 抽滤装置: 真空泵、玻璃过滤器等。
- 4.6.18 台式放大镜:10 倍~30 倍, 带 LED 灯。
- 4.6.19 金属镊子: 尖头。
- 4.6.20 电子显微镜: 10 倍~30 倍, 带拍照、测量尺寸功能。

- 4.6.21 直尺或游标卡尺。
- 4.6.22 细胞培养板: 96 孔, 带盖。
- 4.6.23 体视显微镜: 最大放大倍数不低于 40 倍, 配备成像分析软件。
- 4.6.24 红外光谱仪、拉曼光谱仪或热裂解(热脱附)气相色谱-质谱联用仪等。
- 4.6.25 一般实验室常用仪器和设备。

4.7 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂,实验用水为经玻璃纤维滤膜过滤后不含微塑料的纯水。

- 4.7.1 硫酸(H_2SO_4): $\rho = 1.84g/ml$ 。
- 4.7.2 过氧化氢溶液(H_2O_2): w = 30%。
- 4.7.3 七水合硫酸亚铁(FeSO₄ 7H₂O)。
- 4.7.4 二价铁溶液(Fe²⁺): c =0.05mol/L

将 3ml 硫酸(7.1)加入 500ml 水中, 称取 7.5g 七水合硫酸亚铁(7.3)溶于其中, 混匀后经玻璃纤维滤膜过滤, 转入玻璃试剂瓶备用。

- 4.7.5 氯化钠(NaCl)。
- 4.7.6 饱和氯化钠溶液: ρ =1.20g/ml (20℃)。

每 978g 水中加入 352g 氯化钠 (7.5),完全溶解后经玻璃纤维滤膜过滤,转入玻璃试剂瓶中备用。

- 4.7.7 玻璃纤维滤膜: 孔径<100 微米。
- 4.7.8 无水乙醇。
- 4.7.9 微塑料标准品: 粒径 0.3 毫米~5 毫米,可使用同环境中微塑料颜色区分度高的塑料制品剪裁成规则形状自制,亦可购买市售微塑料标准品,如聚乙烯、聚氯乙烯、聚丙烯等。

4.8 微塑料采样方式

为适应不同的监测对象和监测目的,各个来源的研究报告使用的采样方式也不尽相同。国际上通常使用的采样方式有浮游生物采样网、Manta 网、不锈钢采水器、泵吸过滤系统,不同采样方式对微塑料的采集效果差异巨大。虽然使用采水器可以采集到全尺寸的微塑料,但由于微塑料在自然水体中分布不均匀,需要较大的采样量才能保证样品的代表性。根据 ISO 发布的《环境中微塑料的分析原则》^[5],对于地表水,采样量一般需要达到数立方米以上。而采水器靠人力难以采集较大体积的水样。在某些研究中,拖网样本和水泵样本的微塑料平均浓度相差最大可达 1000 倍^[15]。而大多数微塑料通常漂浮在水面或沉积在底泥中,所以使用 Manta 网采集地表水表层的微塑料效果会较好,而且其使用方便、采样覆盖水体面积和采样体积较大、配合网口流量计便于计算采样体积,在常规采样中被大量使用,也与海洋微塑料监测很好衔接。

通过对现有研究的综合分析,现有对微塑料的研究中网目尺寸在 60 至 500 微米之间(最常用的网目尺寸为 300~335 微米)^[16],美国国家海洋和大气管理局(NOAA)推荐的网目尺寸为 333 微米^[10]。考虑到国内外研究情况并结合编制组现场实际监测经验,本《技术规范》采用国内外研究中常用的(300±30)微米孔径 Manta 网,通过大范围水域覆盖(单次采样过滤水体≥30 m³)显著降低空间异质性偏差。根据网孔尺寸确定了本《技术规范》的适用粒径下限。目前市面上拖网多数为尼龙等塑料材质,为避免网衣剥落导致的微塑料检出,监测的微塑料材质不能与网衣材质相同。

船只航行的尾迹和排水会对水中微塑料的分布造成影响,因此采样应在船侧面,避开排水区域。为保证采样体积计算准确,应调整好重锤位置和重量,调节好拖网绳长度,拖网速度也不能过快,使网口顶部与水面齐平。本《技术规范》要求船舶行驶速度一般为 1~2 节,不超过 3 节。

拖网结束后,起网时应注意网衣内壁依然粘附大量微塑料,应用地表水从外部将 其冲洗至网底管中,再进行收集。网底管中的样品转移到玻璃样品瓶时用纯水反复冲 洗,确保将微塑料全部转移。

潮汐是影响微塑料分布的一个重要因素。涨潮期间海水涌入河道,稀释了微塑料的丰度^[15]。因此潮汐河流或感潮河段应在落潮期间采样,并记录涨落潮时间。

4.9 样品前处理

在自然水体中采集到的微塑料样品通常会含有各种杂质,且不同环境下杂质种类、数量有较大的差异,含量较多的杂质有泥沙、有机质、藻类、木制品等,影响样品中微塑料的目视分析。关于如何分离微塑料与杂质,国内外研究给出了多种解决方案。较常用的方法为化学消解和密度分离。其中化学消解法是使用酸、碱、氧化剂、酶等化学手段分解天然有机基质;密度分离是通过微塑料与杂质的密度不同,在高密度溶液中将微塑料浮选分离,通常用于去除泥沙等高密度杂质。

拖网法采集到的微塑料样品通常带有菌膜、藻类、木制品、生物组织等有机物,其密度与微塑料相差不大,或与微塑料相互粘附,无法通过密度浮选法进行分离,影响后续过滤、定性等操作。此类杂质可使用化学消解法进行处理。在国内外的研究中,硝酸、氢氧化钾、高氯酸、氯酸钠和蛋白酶等多种化学物质可用于有机物消解。由于氢氧化钾对海洋生物组织的碱性强、分解效率高,因此被广泛用于分析海洋生物体内的微塑料。然而氢氧化钾可分解塑料聚合物中的聚碳酸酯 (PC) 和聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET)。高氯酸、氯酸钠等消解试剂具有漂白性,会使微塑料褪色或老化,影响后续对其形态的观测记录^[18]。酶的特异性较强,无法对多种杂质同时去除,效率较低。硫酸亚铁和过氧化氢(30%)按比例混合配制的芬顿试剂可以高效消解有机杂质,不会影响环境中微塑料形态和数量,且处理后回收率较高,是比较理想的消解液^[19]。因此本《技术规范》使用芬顿试剂,水浴加热至 60℃,控制反应速率,用于去除微塑料样品中的有机杂质。

密度分离法常用于处理样品中的泥沙等高密度杂质。因饱和氯化钠溶液(密度: 1.2 g/cm³)价廉易得、无毒无害,NOAA 推荐使用该溶液进行密度分离。

注:由于微塑料的特殊性,每增加一步前处理都不可避免带来样品的损失,所以在整个操作中应尽可能减少处理步骤、减少容器转移过程。若样品中泥沙等高密度杂质较少,可酌情选择是否进行密度分离操作。

4.10 目视分析

根据文献调研,目视分析主要使用显微镜和台式放大镜进行^[15]。台式放大镜视野宽广、可双手操作镊子检查微塑料样品的弹性和硬度,适合快速分离大于 300 微米的中型和大型微塑料。显微镜放大倍数高,细节清晰,可对台式放大镜难以看清的微塑料进行观察并分离。本《技术规范》将两种方法结合,依次使用,分为镜检和复检两步。镜检为将前处理后得到的滤膜放入台式放大镜(具有放大和补光功能),从滤膜中筛选出可能的微塑料,并将其放入细胞培养板中,同时记录颜色、形状和数量等物理信息。使用电子显微镜拍照,并进行尺寸测量。某些无法确定是否为微塑料的微粒应先记录物理信息,可以使用热针刺或双镊子拉拽等方法检查。若微粒为微塑料,热针刺(约 250°C)将会熔化并留下痕迹^[20,21]。复检即使用体视显微镜继续观察镜检后的滤膜,筛选出可能的微塑料,拍照并记录相关的形态信息,该步骤根据需要开展。在整个过程中,为了减少人为误差,应同时安排两位分析人员互相印证。对于难以确定形态的微塑料,则由两人或多人根据评判标准共同讨论确定分类。

4.11 鉴定分析

自 2004 年以来,微塑料的鉴定方法经过多年发展,已经较为成熟,有振动光谱法和化学法两大类。振动光谱是指测量物质对红外或可见光的吸收、散射或反射,以获取物质化学性质的技术。振动光谱法为非破坏性分析方法,可分为红外光谱和拉曼光谱两大类。红外光谱技术可测量物质对红外辐射的吸收与反射性质,以了解物质分子的振动模式,进而推测样品的分子结构;拉曼光谱技术是一种光散射技术,强单色光源照射时,大部分散射光与入射光波长相同,被称为瑞利散射。极小一部分散射光波长与入射光不同,其波长改变由样品性质的化学结构决定,被称为拉曼散射。拉曼光谱通过检测样品发生拉曼散射的性质来确定样品分子振动模式,进而推测样品分子结构。化学法通常指热裂解气相色谱-质谱法,为破坏性分析方法。高分子样品在氦气、氦气等惰性气体或者空气、氧气等载气流中在一定温度下气化或热裂解,气化或裂解的混合物直接导入气相色谱柱进行分离,随后进行质谱检测,鉴定混合物中各组分的组成,得出样品成分。

基于振动光谱法的两个技术路线,发展出了多种检测仪器,包括 ATR-FT-IR (傅立叶变换衰减全反射红外光谱仪)、μ-FT-IR (傅里叶变换显微红外光谱仪)、FT-IR、激光直接红外成像技术 (LDIR)、显微拉曼光谱等。振动光谱法为无损检测,分析速

度快,可以同时对多个微塑料样品进行定性定量,可同时得到尺寸、数量信息,但对于尺寸过小的塑料颗粒鉴定比较困难。μ-FT-IR 的检测尺寸下限为 20 微米,对于 20 微米 以下的颗粒物无法检测。同红外相似,拉曼也可做到无损检测,且不受样品含水量的影响,检测尺寸下限更低可达 1 微米 [22,23]。热裂解气相色谱-质谱法,为破坏性检测,置信度很高,对微塑料尺寸无要求,样品无需复杂的前处理,但分析速度慢,无法得到尺寸、形态和个数等信息[17]。

本《技术规范》可使用光谱法或质谱法鉴定微塑料成分,但应记录使用方法。通过光谱法或质谱法获取的谱图数据应与已知材料的光谱或质谱进行比较,以识别其化学组成,光谱法匹配度应 70%以上。所用谱库至少应包含环境中常见的微塑料聚合物数据,包括聚乙烯(Polyethylene, PE)、聚丙烯(Polypropylene, PP)、聚苯乙烯(Polystyrene, PS)、聚氯乙烯(Polyvinyl Chloride, PVC)、聚对苯二甲酸乙二醇酯(Polyethylene Terephthalate, PET)、聚酰胺(Polyamide, PA)、聚碳酸酯(Polycarbonates, PC)、聚氨基甲酸酯(polyurethanes, PU)、聚甲基丙烯酸(Polymethyl Methacrylate, PMMA)、聚四氟乙烯(polytetrafluoroethylene, PTFE),共 10 种。因单次监测采集到的微塑料可达数百个或数千个,将所有微塑料粒子全部进行成分鉴定工作量太大,因此可以将明显为同一类型的微塑料选取 10%比例进行成分鉴定,每个类型至少鉴定一个。

4.12 结果计算

根据网口流量计示数和网口面积,计算采样体积。根据检测出微塑料个数和采样体积计算微塑料的丰度,单位为"个/m³",结果保留小数点后两位,最多保留三位有效数字。对检出的微塑料根据分类分别统计不同形状、颜色、成分及尺寸范围的微塑料数量,并计算其占微塑料总量的比例,记录表格式可参考《技术规范》附录 C.2。

4.13 质量保证和质量控制

微塑料易受空气(采样现场和实验室)、实验用水、试剂和滤膜等的影响,因此 所用试剂在使用前均应通过孔径小于 100 微米的玻璃纤维滤膜过滤。采样过程中应采 集不少于 10%现场空白样品,操作为放置干净玻璃培养皿收集空气中的微塑料,覆盖 采样全过程,不得观测出微塑料,否则应查明来源重新采样。

每批样品插入两个实验室空白,与实际样品一同进行前处理、目视分析和成分鉴 定,用于扣除实验过程背景影响。

每批样品抽取 10%在前处理之前加入微塑料标准品,计算加标回收率,保证在 80%~120%之间。

室验分析人员应穿着干净的白色棉质实验服,宜佩戴无粉天然乳胶手套;关闭实验室门窗,尽量减少实验室内的空气流动。保持实验室清洁,用蘸取无水乙醇的脱脂

棉球或纯棉纱布擦拭工作台台面;保持实验室湿度 20%~80%,温度 15℃~35℃。样品的前处理宜在超净工作台或超净实验室中完成,避免环境污染。

所有玻璃器皿应彻底清洗,并用铝箔纸覆盖;所有培养皿、滤膜和镊子在使用前 宜用显微镜检查,以确认无微塑料玷污。

5. 重大分歧意见的处理过程和依据

本标准无重大分歧。

6. 与相关法律法规和国家标准的关系

本标准为地方标准体系中的方法标准,与我国现行相关法律、法规、规章等保持 一致,无矛盾和冲突。

7. 推广实施建议

本标准将直接服务于我省微塑料监测工作,规范了微塑料监测的顶层设计,是各市开展微塑料监测的指导性文件,确保微塑料监测工作的规范和统一,为我省今后微塑料监测工作的开展提供了更为全面的技术保障。

通过方法标准推广,可有效解决当前地表水微塑料监测存在的"方法不统一、数据不可比、应用不充分"三大痛点,为新污染物治理提供技术支撑。

8. 起草单位和起草人员信息及分工

本标准由江苏省南通环境监测中心牵头起草,参与单位:自然资源部第二海洋研究所、南京农业大学。

本标准由武攀峰负责项目组织协调,吴亚萍和张鑫鑫负责标准起草,王靖宜、吴 为、黄伟、方迪、彭模、付丹负责文献资料收集和方法测试。

9. 方法验证

9.1 验证实验室和验证人员

共有 6 家单位参加了方法验证工作,分别为: (1)中国环境科学研究院, (2)水利部水环境监测评价研究中心, (3)国家海洋环境监测中心, (4)江苏省环境监测中心, (5)江苏省苏州环境监测中心, (6)河海大学农业科学与工程学院。验证单位及参与验证人员相关信息见表 1。

表 1 方法验证单位及验证人员相关信息

姓名	职称/职务	从事相关分析工作年 限	所在单位
安立会	研究员	27	中国环境科学研究院
史文卓	博士研究生	5	中国环境科学研究院
吴玉暄	硕士研究生	3	中国环境科学研究院
徐东昱	正高级工程师	10	水利部水环境监测评价研究中心
高博	正高级工程师	17	水利部水环境监测评价研究中心
王韦唯	硕士研究生	2	水利部水环境监测评价研究中心
曲玲	工程师	9	国家海洋环境监测中心
张守锋	工程师	10	国家海洋环境监测中心
褚晓婷	助理研究员	5	国家海洋环境监测中心
王词稼	助理研究员	4	国家海洋环境监测中心
吕嬴	工程师	16	江苏省环境监测中心
董冰洁	工程师	9	江苏省环境监测中心
周慧	高级工程师	26	江苏省苏州环境监测中心
刘孟宇	高级工程师	15	江苏省苏州环境监测中心
杨艳	高级工程师	16	江苏省苏州环境监测中心
董姝楠	副教授	7	河海大学农业科学与工程学院
许伊	副教授	5	河海大学农业科学与工程学院
于千惠	研究生	2	河海大学农业科学与工程学院
苏晓婷	研究生	2	河海大学农业科学与工程学院

9.2 验证方案

按照《环境监测分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168-2020)的规定,组织至少6家实验室进行验证。因无微塑料标准样品,验证工作主要内容是加标回收的验证试验。

加标回收的验证:标准编制组将采集的地表水通过 0.1 毫米的不锈钢网筛去除水样中的微塑料后,装入 1000 mL 的棕色玻璃样品瓶中,再加入定量自制微塑料标准样品。将 2 份加有微塑料的水样分配到各验证实验室,各验证实验室依照编制组编写的作业指导书进行分析鉴定水样中微塑料的个数、尺寸、颜色、成分,计算微塑料的回收率。

9.3 方法验证过程

9.3.1 验证过程

- (1)首先,通过筛选确定有资质和相关能力的方法验证单位,在方法验证前,编制组通过各种交流形式让参加验证的操作人员都熟悉本标准的方法原理、操作步骤及流程。验证过程中使用的仪器、设备、试剂等应符合方法的要求。
 - (2) 编制组根据实验时间验证的要求准备验证样品等,确定验证时间。
 - (3)《方法验证报告》见附件一。

9.3.2 验证结论

方法加标回收

6家验证单位对微塑料分析标准的加标回收进行验证,将2个加标样品分配到各验证实验室,各验证实验室依照标准方法进行微塑料的个数、尺寸、颜色、成分的检测,计算微塑料的回收率。经验证:方法微塑料回收率范围为80%~100%,均值为92%。其中回收率90%以上占比66.7%,100%回收率占比25%。具体见表2。

	N = 74 IA 42 (EXT.)							
	样品 1			样品 2				
实验室号	微塑料加入	微塑料回收	微塑料回收	微塑料加入	微塑料回收	微塑料回收		
	量(个)	量(个)	率 (%)	量(个)	量(个)	率 (%)		
1	50	50	100	50	48	96		
2	50	42	82	50	49	98		
3	50	46	92	50	40	80		
4	50	50	100	50	50	100		
5	50	40	80	50	41	82		
6	50	49	98	50	48	96		

表 2 方法验证结果统计

10. 参考文献

- [1] PINTO DA COSTA J, REIS V, PAÇO A, et.al. Micro(nano)plastics Analytical challenges towards risk evaluation[J]. TrAC Trends in Analytical Chemistry, 2019, 111: 173-184.
- [2] HE J, FU X, NI F, et.al. Quantitative assessment of interactions of hydrophilic organic contaminants with microplastics in natural water environment[J]. Water Research, 2022, 224: 119024.
- [3] SUN X, LIANG J, ZHU M, et.al. Microplastics in seawater and zooplankton from the Yellow Sea[J]. Environmental Pollution, 2018, 242: 585-595.
- [4] 山东省市场监督管理局 发布. 海水增养殖区环境微塑料监测技术规范(DB37/T 4323—2021) [S].2021.

- [5] Published by ISO. Principles for the analysis of microplastics present in the environment (ISO 24187:2023) [S].2023.
- [6] MEIJER L J J, VAN EMMERIK T, VAN DER ENT R, et.al. More than 1000 rivers account for 80% of global riverine plastic emissions into the ocean[J]. Science Advances, 2021, 7(18): eaaz5803.
- [7] SARKAR D J, DAS SARKAR S, DAS B K, et.al. Spatial distribution of meso and microplastics in the sediments of river Ganga at eastern India[J]. Science of The Total Environment, 2019, 694: 133712.
- [8] THOMPSON R C, COURTENE-JONES W, BOUCHER J, et.al. Twenty years of microplastic pollution research—what have we learned?[J]. Science, 2024, 386(6720): eadl2746.
- [9] THOMPSON R C, OLSEN Y, MITCHELL R P, et.al. Lost at Sea: Where Is All the Plastic?[J]. Science, 2004, 304(5672): 838-838.
- [10] Published by NOAA. Proceedings of the International Research Workshop on the Occurrence, Effects, and Fate of Microplastic Marine Debris, September 9-11, 2008, University of Washington Tacoma, Tacoma, WA, USA.(2008)
- [11] ENVIRONMENT U N. Microplastics | UNEP UN Environment Programme [EB/OL]. (2019-03-05). https://www.unep.org/resources/report/microplastics.
- [12] KERSHAW P J, TURRA A, GALGANI F, et.al. Guidelines for the monitoring and assessment of plastic litter and microplastics in the ocean.[R/OL]. GESAMP Joint Group of Experts on the Scientific Aspects of Marine Environmental Protection, 2019. https://repository.oceanbestpractices.org/handle/11329/889.
- [13] Published by ASTM. Standard Practice for Collection of Water Samples with High, Medium, or Low Suspended Solids for Identification and Quantification of Microplastic Particles and Fibers(D8332–20)[S].2020.
- [14] Published by OJEU. Supplementing Directive (EU) 2020/2184 of the European Parliament and of the Council by laying down a methodology to measure microplastics in water intended for human consumption(COMMISSION DELEGATED DECISION (EU) 2024/1441)[S].2024.
- [15] WU P, FAN Y, ZHANG X, et.al. Seasonal dynamics, tidal influences, and anthropogenic impacts on microplastic distribution in the Yangtze River estuary: A comprehensive characterization and comparative analysis[J]. Journal of Hazardous Materials, 2024, 476: 135167.
- [16] ZHAO B, RICHARDSON R E, YOU F. Microplastics monitoring in freshwater systems: A review of global efforts, knowledge gaps, and research priorities[J]. Journal of Hazardous Materials, 2024, 477: 135329.

- [17] ZHANG X, MELL A, LI F, et.al. Rapid fingerprinting of source and environmental microplastics using direct analysis in real time-high resolution mass spectrometry[J]. Analytica Chimica Acta, 2020, 1100: 107-117.
- [18] LUSHER A L, WELDEN N A, SOBRAL P, et.al. Sampling, isolating and identifying microplastics ingested by fish and invertebrates[J]. Analytical Methods, 2017, 9(9): 1346-1360.
- [19] DING J, LI J, SUN C, et.al. Detection of microplastics in local marine organisms using a multi-technology system[J]. Analytical Methods, 2018, 11(1): 78-87.
- [20] DEVRIESE L I, VAN DER MEULEN M D, MAES T, et.al. Microplastic contamination in brown shrimp (*Crangon crangon*, Linnaeus 1758) from coastal waters of the Southern North Sea and Channel area[J]. Marine Pollution Bulletin, 2015, 98(1): 179-187.
- [21] DZIOBAK M K, FAHLMAN A, WELLS R S, et.al. First evidence of microplastic inhalation among free-ranging small cetaceans[J]. PLOS ONE, 2024, 19(10): e0309377.
- [22] KÄPPLER A, FISCHER D, OBERBECKMANN S, et.al. Analysis of environmental microplastics by vibrational microspectroscopy: FTIR, Raman or both?[J]. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2016, 408(29): 8377-8391.
- [23] MINTENIG S M, BÄUERLEIN P S, KOELMANS A A, et.al. Closing the gap between small and smaller: towards a framework to analyse nano- and microplastics in aqueous environmental samples[J]. Environmental Science: Nano, 2018, 5(7): 1640-1649.

附件一

方法验证报告

方法名称:	地表水微塑料监测技术规范	
项目承担单位:	江苏省南通环境监测中心	
验证单位: 中国环境	科学研究院、水利部水环境监测评价研究中心、国家海洋环	「境
监测中心、江苏省环境	监测中心、江苏省苏州环境监测中心、河海大学农业科学与	<u>ī工</u>
程学院		
项目负责人及职称:_	武攀峰(正高级工程师)	
通讯地址: <u>南通市崇/</u>	区青年中路 18 号南通环境监测中心 电话: 0513851586	<u>675</u>
报告编写人及职称:_	吴亚萍 工程师	
报告日期: 2025 年	4月17日	

1 原始测试数据

1.1 实验室基本情况

参加验证的实验室及人员基本情况、仪器使用情况及试剂使用情况见附表 1-1 至附表 1-3。 其中实验室编号 1 为国家海洋监测中心,编号 2 为河海大学农业科学与工程学院,编号 3 为江苏省苏州环境监测中心,编号 4 为水利部水环境监测评价研究中心,编号 5 为江苏省环境监测中心,编号 6 为中国环境科学研究院。

附表1-1 参加验证的人员情况登记表

编号	验证单位	姓名	性别	职称/职务	从事相关分析 工作年限
	中国环境科学研究院	安立会	男	研究员	27
1	中国环境科学研究院	史文卓	女	博士研究生	5
	中国环境科学研究院	吴玉暄	女	硕士研究生	3
	水利部水环境监测评价研究中心	徐东昱	女	正高级工程师	10
2	水利部水环境监测评价研究中心	高博	男	正高级工程师	17
	水利部水环境监测评价研究中心	王韦唯	男	硕士研究生	2
	国家海洋环境监测中心	曲玲	女	工程师	9
3	国家海洋环境监测中心	张守锋	男	工程师	10
3	国家海洋环境监测中心	褚晓婷	女	助理研究员	5
	国家海洋环境监测中心	王词稼	女	助理研究员	4
4	江苏省环境监测中心	吕嬴	女	工程师	16
4	江苏省环境监测中心	董冰洁	女	工程师	9
	江苏省苏州环境监测中心	周慧	女	高级工程师	26
5	江苏省苏州环境监测中心	刘孟宇	男	高级工程师	15
	江苏省苏州环境监测中心	杨艳	女	高级工程师	16
	河海大学农业科学与工程学院	董姝楠	女	副教授	7
C	河海大学农业科学与工程学院	许伊	女	副教授	5
6	河海大学农业科学与工程学院	于千惠	女	研究生	2
	河海大学农业科学与工程学院	苏晓婷	女	研究生	2

附表1-2 使用仪器情况登记表

仪器名称	规格型号	仪器出厂编号	性能状况(计量/校准状态、量程、灵敏度等)	验证单位	
恒温干燥箱	DNG-	1310259	良好	中国环境科学研究院	
旦価上床相	9030A	1310239	及知	中国环境科字研先院	

蠕动泵	蠕动泵 GM-1.00A 1.0A 210384 良好		中国环境科学研究院	
台式放大镜	/	/	良好	中国环境科学研究院
显微镜	LEICA M165 FC	5997191	良好	中国环境科学研究院
红外光谱仪	Cary 630	MY20022011	良好	中国环境科学研究院
傅里叶变换红外光谱 仪	Nicolet iN10 MX	61010-1	良好	水利部水环境监测评价 研究中心
成像显微镜	SC-III	2020030026	良好	水利部水环境监测评价 研究中心
电热恒温鼓风干燥箱	DHG- 9145A	1086577	良好	水利部水环境监测评价 研究中心
台式放大镜	/	/	良好	水利部水环境监测评价 研究中心
傅立叶变换显微红外 光谱分析仪	iN10 MX	ALK1601637	2025年2月24日检定	国家海洋环境监测中心
体式显微镜	S9D	4617160002	2025年2月24日检定	国家海洋环境监测中心
蠕动泵	YZ1515X- A	21030183	良好	国家海洋环境监测中心
恒温干燥箱	HWL-70	1803170301HW05	2025年2月24日检定	国家海洋环境监测中心
台式放大镜	/	/	良好	国家海洋环境监测中心
便携式傅里叶变换红 外光谱仪	Cary 630 FTIR	MY22489114	良好	江苏省环境监测中心
电热恒温鼓风干燥箱	DGG- 9140B	7010259	良好	江苏省环境监测中心
蠕动泵	/	/	良好	江苏省环境监测中心
台式放大镜	/	/	良好	江苏省环境监测中心
显微镜				江苏省环境监测中心
恒温干燥箱	DVS412C	J0902007	良好	江苏省苏州环境监测中 心
蠕动泵	BT100-3J	202501210063	良好	江苏省苏州环境监测中 心
台式放大镜	/	/	良好	江苏省苏州环境监测中 心
显微镜	OLYMPUS SZX16	11413	良好	江苏省苏州环境监测中 心

烘箱	DHG- 9240A	常州普天仪器	控温范围: RT+10~ 200℃ 温度波动度: ±1℃	河海大学农业科学与工 程学院
恒温数显水浴锅	НН-6	常州普天仪器	控温范围: RT~100℃	河海大学农业科学与工 程学院
真空泵	SHZ-D(III)	南京科尔仪器	最大真空度 0.098Mpa	河海大学农业科学与工 程学院
蠕动泵	BT300-2J	兰格恒流泵有限 公司	转速范围: 1rpm~ 300rpm 流量范围: 0.07~ 1500mL/min	河海大学农业科学与工 程学院
台式放大镜	PD178T	PDOK	放大倍数: 20X	河海大学农业科学与工 程学院
体视显微镜	奥林巴斯 BX41	OLYMPUS	放大倍数: 1.25X 到 100X 高分辨率	河海大学农业科学与工 程学院
傅里叶红外光谱仪	Cary 630	Agilent	光谱范围: 350~ 7000cm ⁻¹ 采样模块: ATR、溴化 钾压片等	河海大学农业科学与工 程学院

附表1-3 使用试剂及溶剂登记表

名称	生产厂家	纯化处理方法	验证单位
	北京市通广精细化工公 司	过滤	中国环境科学研究院
	中国医药集团有限公司 /	过滤	水利部水环境监测评价研究中心
	科密欧	过滤	国家海洋环境监测中心
	南京化学试剂股份有限 公司	过滤	江苏省环境监测中心
	永华化学股份有限公司	过滤	江苏省苏州环境监测中心
	惠州市湘盛商贸有限公司	通过 0.7μm 玻璃纤维滤 膜过滤	河海大学农业科学与工程学院
	北京市通广精细化工公 司	过滤	中国环境科学研究院
硫酸	北京化工厂	过滤	水利部水环境监测评价研究中心
	科密欧	配制成溶液后过滤	国家海洋环境监测中心

	南京化学试剂股份有限 过滤 公司		江苏省环境监测中心
	南京化学试剂股份有限 公司	过滤	江苏省苏州环境监测中心
	山东科源生化有限公司	配制溶液后过滤	中国环境科学研究院
	国药集团化学试剂有限 公司	配制溶液后过滤	水利部水环境监测评价研究中心
	科密欧	配制溶液后过滤	国家海洋环境监测中心
氯化钠	国药集团化学试剂有限 公司	配置溶液后过滤	江苏省环境监测中心
	天津市科密欧化学试剂 有限公司	配制溶液后过滤	江苏省苏州环境监测中心
	上海麦克林生化科技股 份有限公司	通过 0.7μm 玻璃纤维滤 膜过滤	河海大学农业科学与工程学院
	国药集团化学试剂有限 公司	配制溶液后过滤	中国环境科学研究院
	天津市大茂化学试剂厂	配制溶液后过滤	水利部水环境监测评价研究中心
	天津市大茂化学试剂厂	配制溶液后过滤	国家海洋环境监测中心
七水合硫酸亚铁	南京化学试剂股份有限 公司	配置溶液后过滤	江苏省环境监测中心
	国药集团化学试剂有限 公司	配制溶液后过滤	江苏省苏州环境监测中心
	国药基团化学试剂有限 公司	通过 0.7μm 玻璃纤维滤 膜过滤	河海大学农业科学与工程学院

1.2 方法测试数据

编制组将 2 份加有定量自制微塑料标准品的水样分配到各验证实验室,各验证实验室依照编制组编写的作业指导书进行分析鉴定水样中微塑料的个数、尺寸、颜色、成分,计算微塑料的回收率。

附表1-4 微塑料分析鉴定结果(样品1)

验证单位: 中国环境科学研究院

测试日期: 2025年3月12日

形状	个数	所占比例(%)	尺寸 (mm)	个数	所占比例(%)
线/纤维	8	16.00%	0.1-0.3	0	0

碎片	10	20.00%	0.3-1.0	12	24.00%
薄膜	10	20.00%	1.0-5.0	38	76.00%
泡沫	10	20.00%			
原料球	12	24.00%			
成分			颜色		
PE	30	60.00%	红	8	16.00%
PET	0	0	黄	0	0
PP	10	20.00	绿	12	24.00%
PS	10	20.00%	蓝	10	20.00%
PVC	0	0	紫	0	0
PA	0	0	白	10	20.00%
PC	0	0	黑	0	0
PTFE	0	0	灰	0	0
PU	0	0	透明	10	20.00%
PMMA	0	0	半透明	0	0
其他	0	0	棕	0	0
微塑料样品总计:	50	,	11.	•	

附表1-5 微塑料分析鉴定结果(样品2)

验证单位: 中国环境科学研究院

测试日期: 2025年3月12日

形状	个数	所占比例(%)	尺寸 (mm)	个数	所占比例(%)
线/纤维	10	20.83%	0.1-0.3	0	0
碎片	10	20.83%	0.3-1.0	9	18.75%
薄膜	9	18.75%	1.0-5.0	39	81.25%
泡沫	10	20.83%			
原料球	9	18.75%			
成分			颜色		
PE	28	58.33%	红	10	20.83%
PET	0	0	黄	0	0

PP	10	20.83%	绿	9	18.75%			
PS	10	20.83%	蓝	9	18.75%			
PVC	0	0	紫	0	0			
PA	0	0	白	10	20.83%			
PC	0	0	黑	0	0			
PTFE	0	0	灰	0	0			
PU	0	0	透明	10	20.83%			
PMMA	0	0	半透明	0	0			
其他	0	0	棕	0	0			
微塑料样品总计:	微塑料样品总计:。							

附表1-6 微塑料分析鉴定结果(样品1)

验证单位: 水利部水环境监测评价研究中心

测试日期: 2025年3月12日

形状	个数	所占比例(%)	尺寸 (mm)	个数	所占比例(%)
线/纤维	6	14.29	0.1-0.3	0	0
碎片	8	19.05	0.3-1.0	8	19.05
薄膜	10	23.81	1.0-5.0	34	80.95
泡沫	10	23.81			
原料球	8	19.05			
成分			颜色		
PE	24	57.14	红	6	14.29
PET	0	0	黄	0	0
PP	8	19.05	绿	8	19.05
PS	10	23.81	蓝	10	23.81
PVC	0	0	紫	0	0
PA	0	0	白	10	23.81
PC	0	0	黑	0	0
PTFE	0	0	灰	0	0
PU	0	0	透明	8	19.05

PMMA	0	0	半透明	0	0
其他	0	0	棕	0	0
微塑料样品总计:	42				

附表1-7 微塑料分析鉴定结果(样品2)

验证单位: 水利部水环境监测评价研究中心

测试日期: 2025年3月12日

形状	个数	所占比例(%)	尺寸 (mm)	个数	所占比例(%)
线/纤维	10	20.41	0.1-0.3	0	0
碎片	9	18.37	0.3-1.0	10	20.41
薄膜	10	20.41	1.0-5.0	39	79.59
泡沫	10	20.41			
原料球	10	20.41			
成分			颜色		
PE	30	61.22	红	10	20.41
PET	0	0	黄	0	0
PP	9	18.37	绿	10	20.41
PS	10	20.41	蓝	10	20.41
PVC	0	0	紫	0	0
PA	0	0	白	10	20.41
PC	0	0	黑	0	0
PTFE	0	0	灰	0	0
PU	0	0	透明	9	18.37
PMMA	0	0	半透明	0	0
其他	0	0	棕	0	0

附表1-8 微塑料分析鉴定结果(样品1)

验证单位: 国家海洋环境监测中心

测试日期: 2025年4月2日

形状	个数	所占比例(%)	尺寸 (mm)	个数	所占比例(%
线/纤维	10	21.7	0.1-0.3	0	0
碎片	6	13.0	0.3-1.0	9	19.6
薄膜	11	23.9	1.0-5.0	37	80.4
泡沫	10	21.7			
原料球	9	19.6			
成分			颜色		
PE	30	65.2	红	10	21.7
PET	0	0	黄	0	0
PP	6	13.0	绿	9	19.6
PS	10	21.7	蓝	11	23.9
PVC	0	0	紫	0	0
PA	0	0	白	10	21.7
PC	0	0	黑	0	0
PTFE	0	0	灰	0	0
PU	0	0	透明	6	13.0
PMMA	0	0	半透明	0	0
其他	0	0	棕	0	0

微塑料样品总计:_____46____。

附表1-9 微塑料分析鉴定结果(样品2)

验证单位: 国家海洋环境监测中心

测试日期: 2025年4月2日

形状	个数	所占比例(%)	尺寸 (mm)	个数	所占比例(%)
线/纤维	7	17.5	0.1-0.3	0	0
碎片	6	15.0	0.3-1.0	10	25.0
薄膜	9	22.5	1.0-5.0	30	75.0
泡沫	8	20.0			
原料球	10	25.0			
成分			颜色		

PE	26	65.0	红	7	17.5		
PET	0	0	黄	0	0		
PP	6	15.0	绿	10	25.0		
PS	8	20.0	蓝	9	22.5		
PVC	0	0	紫	0	0		
PA	0	0	白	8	20.0		
PC	0	0	黑	0	0		
PTFE	0	0	灰	0	0		
PU	0	0	透明	6	15.0		
PMMA	0	0	半透明	0	0		
其他	0	0	棕	0	0		
微塑料样品总计:	微塑料样品总计: 40 。						

附表1-10 微塑料分析鉴定结果(样品1)

验证单位: 工苏省环境监测中心

测试日期: 2025年3月10日

形状	个数	所占比例(%)	尺寸 (mm)	个数	所占比例(%)
线/纤维	10	20	0.1-0.3	8	16
碎片	10	20	0.3-1.0	0	0
薄膜	13	26	1.0-5.0	42	84
泡沫	9	18			
原料球	8	16			
成分			颜色		
PE	31	62	红	10	20
PET	0	0	黄	0	0
PP	10	20	绿	8	16
PS	9	18	蓝	13	26
PVC	0	0	紫	0	0
PA	0	0	白	9	18
PC	0	0	黑	0	0

PTFE	0	0	灰	0	0			
PU	0	0	透明	10	20			
PMMA	0	0	半透明	0	0			
其他	0	0	棕	0	0			
微塑料样品总计:	微塑料样品总计: <u>50</u> 。							

附表1-11 微塑料分析鉴定结果(样品2)

验证单位: 江苏省环境监测中心

测试日期: 2025年3月10日

形状	个数	所占比例(%)	尺寸 (mm)	个数	所占比例(%)
线/纤维	10	20	0.1-0.3	10	20
碎片	10	20	0.3-1.0	0	0
薄膜	10	20	1.0-5.0	40	80
泡沫	10	20			
原料球	10	20			
成分			颜色		
PE	30	60	红	10	20
PET	0	0	黄	0	0
PP	10	20	绿	10	20
PS	10	20	蓝	10	20
PVC	0	0	紫	0	0
PA	0	0	白	10	20
PC	0	0	黑		
PTFE	0	0	灰	0	0
PU	0	0	透明	10	20
PMMA	0	0	半透明	0	0
其他	0	0	棕	0	0

附表1-12 微塑料分析鉴定结果(样品1)

验证单位: 江苏省苏州环境监测中心

测试日期: 2025年4月3日

形状 个数		所占比例(%)	尺寸 (mm)	个数	所占比例(%)	
线/纤维	10	25.0%	0.1-0.3	0	0	
碎片	8	20.0%	0.3-1.0	4	10.0%	
薄膜	8	20.0%	1.0-5.0	36	90.0%	
泡沫	7	17.5%	17.5%			
原料球	7	17.5%				
成分		/	颜色			
PE	/	/	红	10	25.0%	
PET	/	/	黄	0	0	
PP	/	/	绿	7	17.5%	
PS	/	/	蓝	8	20.0%	
PVC	/	/	紫	0	0	
PA	/	/	白	7	17. 5%	
PC	/	/	黑	0	0	
PTFE	/	/	灰	0	0	
PU	/	/	透明	8	20.0%	
PMMA	/	/	半透明	0	0	
其他	/	/	棕	0	0	

附表1-13 微塑料分析鉴定结果(样品2)

验证单位: 工苏省苏州环境监测中心

测试日期: 2025年4月3日

形状	个数	所占比例(%)	尺寸 (mm)	个数	所占比例(%)
线/纤维	7	17.07%	0.1-0.3	0	0
碎片	10	24.39%	0.3-1.0	2	4.88%
薄膜	8	19.51%	1.0-5.0	39	95.12%
泡沫	10	24.39%			

原料球	6	14.63%					
成分			颜色				
PE	/	/	红	7	17.1%		
PET	/	/	黄	0	0		
PP	/	/	绿	6	14.63%		
PS	/	/	蓝	8	19.51%		
PVC	/	/	紫	0	0		
PA	/	/	白	10	24.39%		
PC	/	/	黑	0	0		
PTFE	/	/	灰	0	0		
PU	/	/	透明	10	24.39%		
PMMA	/	/	半透明	0	0		
其他	/	/	棕	0	0		
微塑料样品总计:。							

附表1-14 微塑料分析鉴定结果(样品1)

验证单位: _ 河海大学农业科学与工程学院

测试日期: 2025年3月9日

形状	个数	所占比例(%)	尺寸 (mm)	个数	所占比例(%)
线/纤维	10	20.4	0.1-0.3	0	0
碎片	9	18.4	0.3-1.0	10	20.4
薄膜	10	20.4	1.0-5.0	39	79.6
泡沫	10	20.4			
原料球	10	20.4			
成分			颜色		
PE	30	61.2	红	10	20.4
PET	0	0	黄	0	0
PP	9	18.4	绿	10	20.4
PS	10	20.4	蓝	10	20.4
PVC	0	0	紫	0	0

PA	0	0	白	10	20.4		
PC	0	0	黑	0	0		
PTFE	0	0	灰	0	0		
PU	0	0	透明	9	18.4		
PMMA	0	0	半透明	0	0		
其他	0	0	棕	0	0		
微塑料样品总计:。							

附表1-15 微塑料分析鉴定结果(样品2)

验证单位: <u>河海大学农业科学与工程学院</u>

测试日期: 2025年3月9日

形状	个数	所占比例(%)	尺寸 (mm)	个数	所占比例(%)
线/纤维	9	18.75	0.1-0.3	0	0
碎片	10	20.83	0.3-1.0	10	20.83
薄膜	10	20.83	1.0-5.0	38	79.17
泡沫	9	18.75			
原料球	10	20.83			
成分			颜色		
PE	29	60.42	红	9	18.75
PET	0	0	黄	0	0
PP	10	20.83	绿	10	20.83
PS	9	18.75	蓝	10	20.83
PVC	0	0	紫	0	0
PA	0	0	白	9	18.75
PC	0	0	黑	0	0
PTFE	0	0	灰	0	0
PU	0	0	透明	10	20.83
PMMA	0		半透明	0	0
其他	0	0	棕	0	0

2 方法加标回收汇总

附表 2-1 是 6 家实验室方法验证结果中微塑料加标回收的统计分析。

附表2-1 方法加标回收汇总表

		样品1		样品 2			
实验室号	微塑料加入	微塑料回收	微塑料回收	微塑料加入	微塑料回收	微塑料回收	
	量(个)	量(个)	率 (%)	量(个)	量(个)	率 (%)	
1	50	50	100	50	48	96	
2	50	42	82	50	49	98	
3	50	46	92	50	40	80	
4	50	50	100	50	50	100	
5	50	40	80	50	41	82	
6	50	49	98	50	48	96	

结论: 微塑料回收量范围为 $40\sim50$ 个,均值为 46 个; 回收率范围为 $80\%\sim100\%$,均值为 92%。其中回收率 90%以上占比 66.7%,100%回收率占比 25%。

3 方法验证结论

6 家实验室分别对 2 个微塑料加标样品进行了测定,加标回收率范围为 80%~100%。