

江苏省地方标准
《土壤微塑料监测技术规范》（征求意见稿）
编制说明

《土壤微塑料监测技术规范》标准编制组

2025年4月

目 录

一、 目的意义	1
(一) 净土保卫战、新污染治理等生态环境保护工作迫切需要。	1
(二) 填补标准空白，规范监测技术要求，增强数据的代表性、准确性和可比性。	2
二、 任务来源	2
三、 编制工作过程	3
(一) 成立技术规范编制组	3
(二) 查询国内外相关资料，编写标准草案	3
(三) 交流调研工作、开题论证，确定标准制订的技术路线	3
(四) 组织召开座谈会	4
(五) 编制标准文本（征求意见稿）及编制说明	5
四、 基本原则和技术路线	6
(一) 标准制（修）订的基本原则	6
(二) 标准制修订的技术路线	7
五、 主要技术指标、参数、实验验证的论述	9
(一) 标准适用范围	9
(二) 规范性引用文件	9
(三) 术语和定义	10
(四) 监测采样	10
(五) 土壤干样制备	16
(六) 样品前处理	17
(七) 样品检测	33
(八) 结果计算与统计	34
(九) 质量控制和质量保证	35
(十) 注意事项	37
六、 重大分歧的的处理过程和依据	38
七、 与法律法规和国家标准的关系	38
(一) 国家相关法律法规	38
(二) 国内外相关标准规范	43
八、 实施推广件建议	48
九、 起草单位及起草人员分工	48
附件 1 第一次技术交流会专家反馈意见及修改情况	50
附件 2 第二次技术交流会专家反馈意见及修改情况	70
附件 3 征求意见前技术审查会专家反馈意见及修改情况	78

一、目的意义

土壤是陆地生态系统最重要的构成部分，更是所有陆地生态系统存在和发展的基础。土壤微塑料对土壤生态系统、农产品质量安全及人类健康都存在潜在风险。土壤尤其农田普遍受到了来自农膜、农药包装、活性污泥土肥利用、污水灌溉以及大气沉降等微塑料的污染。有研究指出，每年进入农业土壤的微塑料通量明显高于海洋，导致陆地微塑料的丰度是海洋微塑料的 4~23 倍。微塑料及所含微塑料助剂进入土壤后，会影响土壤微生物和动植物的生长、发育，并通过改变土壤的理化性质影响土壤质量，进而影响农作物产量；另一方面，微塑料通过富集浓缩土壤中重金属和有机物等污染物影响土壤环境质量，通过迁移、传输等影响地下水、地表水、海洋等环境要素；此外，小尺寸微塑料经农作物吸收，可通过食物链富集，从而威胁人类健康。因此，及早关建立土壤微塑料监测技术规范，防范土壤微塑料污染生态风险，确保农产品安全，是世界各国共同面临的重大环境挑战之一。

（一）净土保卫战、新污染治理等生态环境保护工作迫切需要。

我国政府十分重视塑料污染治理工作，出台多项塑料污染治理相关政策文件，提出塑料污染治理相关要求和行动方案。自 2020 年起相继印发《关于进一步加强塑料污染治理的意见》（发改环资〔2022〕80 号）、《“十四五”塑料污染治理行动方案》（发改环资〔2022〕1298 号）、2022 年《新污染治理行动方案》（国办发〔2022〕15 号），明确提出“开展海洋塑料垃圾和微塑料监测调查，组织开展江河湖海塑料垃圾及微塑料污染机理、监测、防治技术等相关研究”，将微塑料纳入新污染物治理范围，要求 2025 年年底前，初步建立新污染物环境调查监测体系，从调查、筛选和评估等角度推进微塑料污染防治。

2021 年，省生态环境厅印发《关于 12 个环境热点问题前瞻性监测研究实施计划的通知》和《土壤微塑料前瞻性监测研究工作方案》，要求在南京市、徐州市及宿迁市选取典型地块开展建筑工地防尘网、农田覆膜生产、废塑料加工残留物对土壤环境微塑料的影响。2022 年省政府办公厅《关于印发江苏省深入打好净土保卫战实施方案的通知》（苏政办发〔2022〕78 号）要求“加强农用地土壤污染源头防控，加强农药、兽药、肥料、饲料、农用薄膜等农业投入品使用管理”。2022 年省政府办公厅印发《江苏省新污染物治理工作方案》（苏政办发〔2022〕81 号）明确要求“开展微塑料等新污染物环境调查监测，

建立完善新污染物治理标准规范，探索新污染物健康风险评估”等工作。

（二）填补标准空白，规范监测技术要求，增强数据的代表性、准确性和可比性。

作为环境中微塑料的最大储库，相较于海洋等环境介质，土壤中微塑料的研究尚处于起步阶段，对微塑料的来源、环境归趋、污染状况和生态风险知之甚少，不同研究和调查数据由于采用的尺寸下限不同、尺寸分级统计方式不同、计量单位不同、前处理和检测方法不同，导致呈现数量级的差别，数据可比性较差。土壤微塑料治理面临污染状况不明、风险不清的现实问题，严重制约了微塑料污染治理进程。

目前国内土壤微塑料尚无监测相关标准规范发布，统一的监测方法是科学开展土壤微塑料污染风险调查和污染防治的前提和基础。因此，亟需建立一套土壤微塑料监测技术规范，与现行土壤监测调查规范的布点原则和采样方法相衔接，以保证样品的代表性；统一前处理的流程和试剂，以保证样品分析结果的准确性；结合污染治理需求统一微塑料检测的尺寸范围，以保证监测数据和评价结论的可比性，指导土壤微塑料本底调查，为塑料污染溯源监测和精准管控提供有力支撑。

二、任务来源

2021年，省生态环境厅印发《关于12个环境热点问题前瞻性监测研究实施计划的通知》和《土壤微塑料前瞻性监测研究工作方案》，要求在南京市、徐州市及宿迁市选取典型地块开展建筑工地防尘网、农田覆膜生产、废塑料加工残留物对土壤环境微塑料的影响；2022年《新污染治理行动方案》（国办发〔2022〕15号）和《江苏省新污染物治理工作方案》（苏政办发〔2022〕81号）明确要求“开展微塑料等新污染物环境调查监测，建立完善新污染物治理标准规范，探索新污染物健康风险评估”等工作。江苏省环境监测中心随即开始江苏省地方标准《土壤微塑料监测技术规范》申请立项工作。

2024年1月，江苏省市场监督管理局下发了《关于印发2024年度江苏省地方标准立项指南的通知》（苏市监标〔2024〕14号），江苏省环境监测中心申报了《土壤微塑料监测技术规范》立项指南。2024年8月，根据《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）文件通知，江苏省环境监测中心牵头承担《土壤微塑料监测技术规范》地方标准的制定工作。

本标准制订任务承担单位为：江苏省环境监测中心，后增加了江苏省环境科学研究院

和南京大学，共计 3 家单位。

三、编制工作过程

（一）成立技术规范编制组

江苏省环境监测中心于 2024 年 9 月承担了《土壤微塑料监测技术规范》地方标准的制订工作，并按任务要求，同参与单位组建了标准编制组，制订了详细的标准编制计划与任务分工。

（二）查询国内外相关资料，编写标准草案

2024 年 9 月至 10 月，根据环境保护部《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》（HJ 168-2010）和 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》的相关规定，在搜集了解土壤微塑料的理化性质和污染特点的基础上，对国内外土壤微塑料监测相关技术规范进行查询，查找相关国家标准及技术规范等；其次调研国内外微塑料监测方法方面的最新研究进展，主要包括采样、制备、分离、监测分析方法和最新的仪器进展等，总结技术方法。经初步的讨论、分析、比较，确定了标准制订的原则和技术路线，形成了标准初稿草案和开题报告。2024 年 11 月，课题组组织召开了标准草案研讨会，针对标准草案进行了讨论，并修改完善。

（三）交流调研工作、开题论证，确定标准制订的技术路线

2024 年 9 月~2024 年 12 月，为更有效的开展标准编制工作，标准编制小组在前期资料调研的基础上，通过电话咨询与山东省海洋环境监测中心、江苏省南京环境监测中心、扬子江生态文明创新中心调研咨询土壤微塑料监测技术，并与中国环境监测总站水室、江苏省南通市环境监测中心交流地表水微塑料检测技术，包括微塑料类型、仪器配置、浮选技术要求关键环节等，同时查阅借鉴已发布的微塑料比方标准和行业标准，进一步为《土壤微塑料监测技术规范》编制补充了技术资料。

2025 年 1 月根据江苏省生态环境厅对 2024 年度生态环境管理与污染排放标准项目最新要求，**对开题论证会不做要求，但在标准公开征求意见前需要开展 2 次技术座谈会和 1 次标准技术审查会。**因此课题组内部组织开展了技术讨论会，对标准草案进行了多方面的、深入的交流探讨，课题组认为现阶段本标准技术路线基本合理，浮选条件充分科学，三家单位现有的研究成果满足阶段性任务要求，进一步完善标准框架结构、标准内容要素及规

范性表述后可以召开技术座谈会。

（四）组织召开座谈会

为加快《土壤微塑料监测技术规范》编制工作，促进规范制定更加科学、实用，标准编制小组于2025年3月6日，项目组通过腾讯会议召开了第一次标准座谈会。参加会议的有江苏省环境监测监测中心、江苏省环境科学院、南京大学、生态环境部南京环境科学研究所、江苏省南通环境监测站、山东省海洋环境监测中心、青海省生态环境监测中心、厦门市环境监测站、安捷伦科技（中国）有限公司共9家土壤微塑料监测研究单位。各单位专家畅所欲言，对微塑料的定义、标准的使用范围、尺寸分级、部点采样、消解试剂、预消解、二次浮选、加标回收率、丰度计算方式、记录表格等充分交流和意见。第一次技术座谈会共计收到反馈意见72条，编制组采纳59条，部分采纳4条，未采纳9条，其中实质性未采纳2条，其他7条未采纳是因为相应条款已经采纳了其他专家的意见。第一次技术座谈会反馈意见及修改情况详见附件1。

表3-1 第一次技术座谈会与会单位及专家

序号	单位	专家	职称
1	江苏省环境监测中心	袁广旺	高工
2	江苏省环境科学研究院	朱冰清	研究员
3	南京大学	顾雪元	教授
4	江苏省南通环境监测站	武攀峰	正高
5	山东省海洋环境监测中心	赵玉庭	高工
6	青海省生态环境监测中心	邓玉兰	高工
7	厦门市环境监测站	矫立萍	研究员
9	安捷伦科技（中国）有限公司	张晓丹	高级应用工程师

4月11日，项目组通过腾讯会议召开第二次标准编制调研及座谈会，参加会议的有江苏省环境监测监测中心、江苏省环境科学院、南京大学、中国环境科学研究院、生态环境部南京环境科学研究所、中国科学院南京土壤研究所、海南省环境监测中心、北京市科学技术研究院分析测试研究所、江苏省南通环境监测中心、厦门市环境监测站、扬子江生态文明创新中心共计11家单位。与会代表听取了土壤微塑料监测技术规范编制情况报告，对规范提出了意见和建议。第二次技术座谈会共计收到反馈意见20条，编制组采纳19条，未采纳1条。第一次技术座谈会反馈意见及修改情况详见附件2。

表3-2 第二次技术座谈会与会单位及专家

序号	单位	姓名	职称
1	江苏省环境监测中心	袁广旺	高工
2	江苏省环境科学研究院	朱冰清	研究员
3	南京大学	顾雪元	教授
4	中国环境科学研究院	安立会	研究员
5	生态环境部南京环境科学研究所	韦婧	研究员
6	中国科学院南京土壤研究所	涂晨	研究员
7	海南省环境监测中心	何书海	正高
8	北京市科学技术研究院分析测试研究所	高峡	研究员
9	江苏省南通环境监测中心	武攀峰	正高
10	厦门市环境监测站	矫立萍	研究员
11	扬子江生态文明创新中心	陈讯	研究员

（五）编制标准文本（征求意见稿）及编制说明

2025年4月，标准编制组在前期调研和两次座谈会的基础上，对土壤微塑料监测部分步骤进行了优化调整，增加了质控要求，同时进一步对微塑料定义、仪器原理、预消解，浮选剂、滤膜、检测选择，抽滤设备、记录表格、全程序空白与实验空白的应用等进行了进一步补充完善，编制完成了《土壤微塑料监测技术规范》（征求意见稿技术审查会稿）和编制说明。

2025年4月29日，在生态环境厅法规标准与科技处、生态环境监测处指导下，编制组邀请了中国环境科学研究院、中国科学院南京土壤研究所、南京农业大学、江苏省质量和标准化研究院、江苏省南通环境监测中心共计5位专家召开了征求意见前技术审查会。与会代表听取了土壤微塑料监测技术规范编制情况报告，经认真质询和讨论，一致认为《土壤微塑料监测技术规范》（征求意见稿技术审查会稿）通过技术审查，修改完善后可以进入公开征求意见流程（详见图3-1）。本次审查会共收到专家反馈意见24条，全部采纳，具体意见及修改情况、以及专家打分表详见附件3。

2025年4月30日，编制组按照专家意见修改完善形成标准征求意见稿和编制说明。

表 3-2 征求意见前技术审查会专家

序号	单位	姓名	职称
1	中国环境科学研究院	安立会	研究院
2	中国科学院南京土壤研究所	涂晨	研究员
3	南京农业大学	凌婉婷	教授
4	江苏省质量和标准化研究院	杨济如	高工

5	江苏省南通环境监测中心	武攀峰	正高
---	-------------	-----	----

江苏省环境保护标准征求意见稿 技术审查会意见

标准名称	土壤微塑料监测技术规范		
主持单位	江苏省生态环境厅		
项目承担单位	江苏省环境监测中心、江苏省环境科学研究院、南京大学		
时间	2025年4月29日	地点	江苏省环境监测中心
审查结论	通过 <input checked="" type="checkbox"/>	不通过 <input type="checkbox"/>	
<p>专家意见：</p> <p>专家组听取了标准编制单位所作的标准文本和编制说明的内容介绍，经质询、讨论，形成以下审查意见：</p> <p>一、标准编制单位提供的材料齐全、内容完整；</p> <p>二、标准编制单位对国内外标准及文献进行了充分调研；</p> <p>三、标准定位准确，技术路线合理可行，内容较完善。</p> <p>专家组通过该标准征求意见稿的技术审查。建议按照以下意见修改完善后，提请公开征求意见：</p> <p>1. 进一步完善标准文本的适用范围、术语和定义、实验过程等相关内容，提升标准文本规范性。</p> <p>2. 按照江苏省地方标准管理规定完善编制说明。</p> <p style="text-align: right; margin-top: 20px;"> 专家组组长：  2025年4月29日 </p>			

图 3-1 技术审查会专家意见

四、基本原则和技术路线

（一）标准制（修）订的基本原则

本标准依据《国家环境保护标准制修订工作管理办法》（国环规科技〔2017〕1号）、GB/T1.1-2000《标准化工作导则》、《环境监测分析方法标准制订技术导则》（HJ/T

168-2020)、《土壤环境监测技术规范》(HJ/T 166-2004)、《农田土壤环境质量监测技术规范》(NY/T 395-2000)等国内同行业已使用的较成熟的参考文献。标准规范制(修)订的基本原则如下:

1.规范性原则

采用程序化、系统化的方式规范土壤微塑料污染状况的监测采样、土壤样品制备、微塑料样品制备、仪器检测等应遵循的工作程序和工作方法,保证土壤微塑料监测工作科学性、客观、规范、准确。

2.代表性原则

充分开展土壤背景、农用地、建设用地、土壤污染事故等不同利用类型土地的塑料制品使用情况社会调查工作,根据监测目的筛选出农田地膜、建筑用地防尘网、废塑料加工残留物等塑料制品在使用时间长度、使用面积、使用量等代表性强的微塑料污染典型地块开展现场监测采样,为环境管理及评价提供典型样品。

3.可操作性原则

要综合考虑地块特点、现场条件、微塑料分布及保存条件,实验室分析的成本、技术应用水平等方面因素,设计好采样流程、采样工具、保存器皿,以保证现场采样和实验室分析顺利开展。

(二) 标准制修订的技术路线

本标准制定在参考国内外文献资料基础上,通过实验确定分离浮选条件、分析测试条件、精密度和准确度等方法特性指标,完善质量保证和质量控制内容,并进行方法验证,保证方法的科学性、规范性和可操作性。本标准的制定技术路线见图 1。

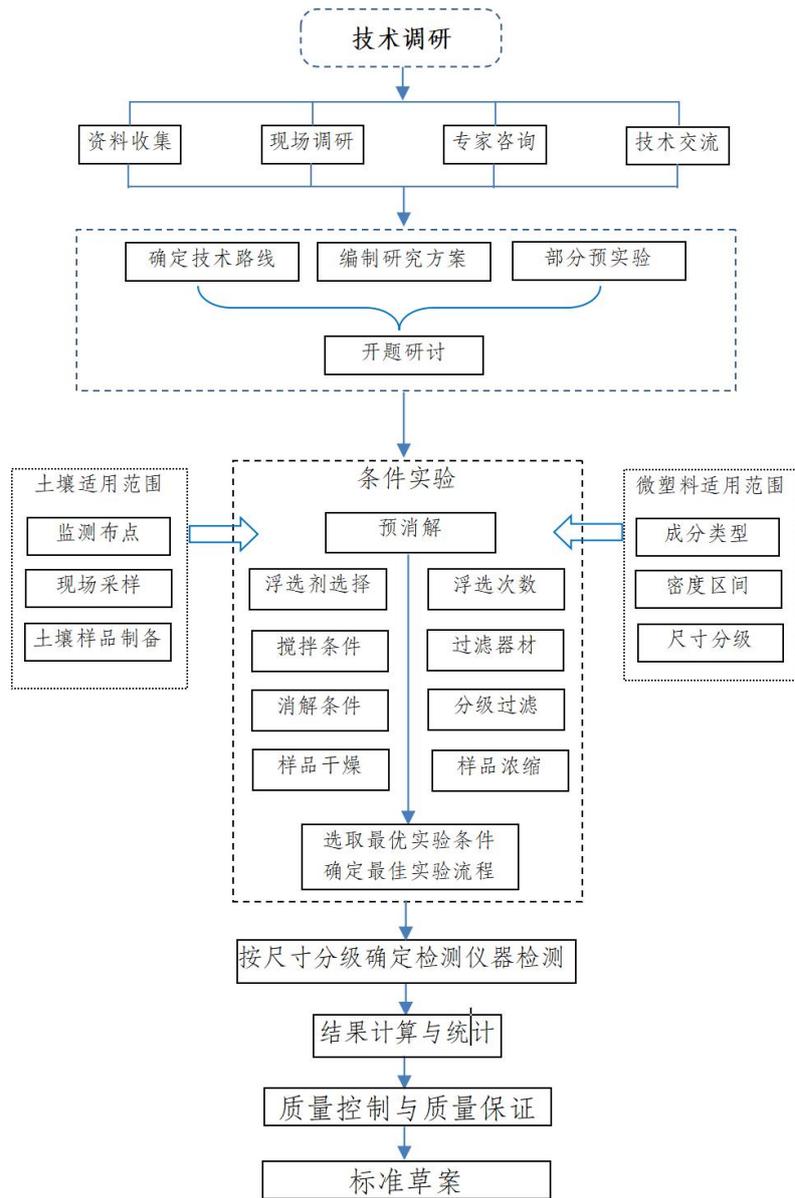


图 4-1 研究内容技术路线图

五、主要技术指标、参数、实验验证的论述

（一）标准适用范围

1.土壤类型范围

2021年,省生态环境厅印发《关于12个环境热点问题前瞻性监测研究实施计划的通知》和《土壤微塑料前瞻性监测研究工作方案》,要求在南京市、徐州市及宿迁市选取典型地块开展建筑工地防尘网、农田覆膜生产、废塑料加工残留物对土壤环境微塑料的影响,因此本标准结合HJ 25.1 建设用地土壤污染状况调查技术导则、NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范、HJ/T 166 土壤环境监测技术规范的有关要求,将本标准的监测类型界定为“土壤背景、农用地、建设用地等”。

2.微塑料类型范围

土壤中微塑料的主要来源包括市政污泥的土地利用、塑料垃圾的填埋、有机肥的施用、农用地膜的残留分解、大气微塑料的沉降、地表径流和农用灌溉水的入带。此外,土壤中的微塑料会随着耕种、水渗透、生物扰动进行水平和垂向迁移,严重时污染地下水。根据国内外相关文献报道和生产排放情况,选取生产量较大且土壤中检出占比较高的聚乙烯(PE)、氯乙烯(PVC)、聚丙烯(PP)、聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)、聚苯乙烯(PS)、聚碳酸酯(PC)、ABS塑料(ABS)、尼龙(PA)等作为重点关注的检测目标物。其他微塑料的分析测试可参照使用。因此本标准选择了“聚乙烯(PE)、氯乙烯(PVC)、聚丙烯(PP)、聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)、聚苯乙烯(PS)、聚碳酸酯(PC)、ABS塑料(ABS)、尼龙(PA66)。其他类型微塑料的测定也可参照本标准执行。”

3.微塑料尺寸范围

本标准所检测的微塑料尺寸范围是 $20\mu\text{m}\sim 5\text{mm}$,是综合考虑现有主流检测仪器设备的监测范围。具体理由如下:一是目前国际上普遍将尺寸小于 5mm 的微小塑料或纤维定义为“微塑料”(microplastics MPs),因此本标准的测定上限为 5mm 。二是目前我省生态环境监测系统和第三方检测机构所配置的微塑料检测设备的主要为傅里叶红外系统、激光红外系统,因此以为傅里叶红外系统和激光红外系统的测定下限 $20\mu\text{m}$ 为本标准的测定下限。三是为拉曼光谱系统检测范围是 $>2\mu\text{m}$ 的微塑料。

（三）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。

GB/T 15608 中国颜色体系

HJ 25.1 建设用地土壤污染状况调查技术导则

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范

NY/T 1121.6 土壤有机质的测定

（四）术语和定义

本标准将使用到的相对关键的、陌生的名词或操作术语和定义，以方便读者理解。

1.微塑料 Soil microplastics

环境中最大尺寸小于 5 mm 的塑料。

2.冷冻干燥 Freeze drying

将含水样品在较低（-20℃）的温度下冻结成块，然后在真空条件下使其中的水分不经液态直接升华成气态，最终使样品脱水干燥。

3.微塑料密度浮选 Density flotation

利用微塑料与土壤之间的密度差异，使用浮选溶液，在机械搅拌条件下使微塑料浮于溶液表面、土壤沉在溶液底部，从而使土壤中微塑料被分离富集的操作。

4.土壤微塑料丰度 Microplastic abundance in soil

指单位重量土壤中含有微塑料的数量，个/kg（干重）。

（五）监测采样

1. 监测点位

国内外文献调研均显示：土壤样品中微塑料的采集，首先需要划分一定面积的采样区域，确定采样点的位置、采样深度和样方设计等，然后采用不同的采样方法进行采集。土壤中微塑料污染状况调查的布点方法，以专家知识经验法、简单随机抽样、系统网格抽样、

系统随机抽样、分块随机抽样、带状抽样方法为主，一般根据研究目的和研究区域特点进行选择。本标准梳理了国内外的土壤监测点位布设方法，并与土壤微塑料的监测布点需求进行比对分析，确认现行的 HJ/T 166-2004 土壤环境监测技术规范，NY/T 395-2012 农田土壤环境质量监测技术规范，HJ 25.1-2019 建设用地土壤污染状况调查技术导则，关于资料收集、现场踏勘等工作、科学布设土壤监测点位和采样深度的有关要求完全满足土壤微塑料工作需求。

(1) HJ/T 166-2004

HJ/T 166-2004 土壤环境监测技术规范，第 4 章对组织准备、资料收集、现场调查做了规定；第 5 章，对布点方法与样品数容量做了详细规定；第 6 章，对区域环境背景土壤采样、农田土壤采样、城市土壤采样、污染事故监测土壤采样的采样单元划分、布点、采样深度、采样量等做了详细规定。

(2) NY/T 395-2012

NY/T 395-2012 农田土壤环境质量监测技术规范，4.1 对农田土壤采样前的现场调查资料收集做了规定，4.2 对监测单元划分，4.3 对农田区域土壤背景点、农田土壤环境质量点（禁产区域、污染事故调查、无公害农产品基地）、农田长期定点定位监测的点布设原则与方法、布点数量布点数量做了详细规定。

(3) HJ 25.1-2019

HJ 25.1-2019 建设用地土壤污染状况调查技术导则，对污染地块的资料收集与分析、现场踏勘、人员访谈、地块分区、布点数量、采样深度等都做了详细规定。

综上所述，土壤微塑料本身虽然为不溶于水的固体，但土壤微塑料进入土壤的方式，包括大气沉降、污水处理厂的尾水灌溉、固体废弃物填埋，这些方式与通常熟知的污染物进入土壤的方式基本一致，地膜进入土壤的方式与秸秆还田、农用有机肥施用方式基本相同。虽然微塑料进入土壤后进一步扩散和迁移的难度远大于水溶性污染物，但小尺寸的污染物仍然可以随着机械翻耕、地表径流、地下渗滤如周边、向深层扩散。这些情况与土壤本身的不均质特性基本一致。为此 HJ/T 166-2004，NY/T 395-2012、HJ 25.1-2019 的布点原则、布点方法、采样方法、采样深度对土壤微塑料是适用的。

表 5.4-1 我国现行生态环境行业标准和专项工作技术文件中土壤样品采集及保存方法

标准、规范	布点方法	采样方法	采样量	采集深度	样品保存
HJ/T 166-2004 土壤环境监测技术规范	简单随机、分块随机、系统随机	1) 对角线法: 适用于污灌农田土壤, 对角线分 5 等份, 以等分点为采样分点; (2) 梅花点法: 适用于面积较小, 地势平坦, 土壤组成和受污染程度相对比较均匀的地块, 设分点 5 个左右; (3) 棋盘式法: 适宜中等面积、地势平坦、土壤不够均匀的地块, 设分点 10 个左右; 受污泥、垃圾等固体废物污染的土壤, 分点应在 20 个以上; (4) 蛇形法: 适宜于面积较大、土壤不够均匀且地势不平坦的地块, 设分点 15 个左右, 多用于农业污染型土壤。各分点混匀后用四分法取 1 kg 土样装入样品袋, 多余部分弃去。	1 kg 土壤样品	土样采集深度采 0~20 cm, 种植果林类农作物采 0~60 cm。	广口瓶装样, 低温保存
农用地土壤污染状况详查点位布设技术规定、农用地土壤样品采集制备流转与保存技术规定	系统网格布点法	采样区域为以确定点位为中心划定采样区域, 一般为 20 m×20 m; 当地形地貌及土壤利用方式复杂, 样点代表性差时, 可视具体情况扩大至 100 m×100 m。 采用双对角线法 5 点采样。	5 点采样量基本一致, 共计采样量不少于 1500g。需要采集无机密码平行样的样点, 采样用量不少于 2500g。	表层点位采集 0~20 cm 土壤样品。	土壤无机样品常温保存。土壤有机样品测试前应在 4℃ 以下避光保存。
典型行业企业及周边土壤污染状况调查工作方案-典型设施农业集中区土壤污染状况调查	分层随机布点法	同农用地土壤样品采集制备流转与保存技术规定。	同农用地土壤样品采集制备流转与保存技术规定。	同农用地土壤样品采集制备流转与保存技术规定。	同农用地土壤样品采集制备流转与保存技术规定
NY/T 395-2012 农田土壤环境质量监测技术规	1) 均匀布点: 地球化学元素、农	1) 对角线法: 适用于污灌农田土壤, 对角线分 5 等份, 以等分点为采样分点;	不少于 1kg, 多余用四分法去除	土样采集深度采 0~20 cm, 种植	塑料袋外套布袋

范	<p>用化学指标、农用固体废弃物、大气污染，综合污染</p> <p>2) 带状布点：灌溉水污染型、综合污染</p> <p>3) 放射布点：大气污染型、综合污染</p> <p>4) 专家论证：长期定点定位</p>	<p>(2) 梅花点法：适用于面积较小，地势平坦，土壤组成和受污染程度相对比较均匀的地块，设分点 5 个左右；</p> <p>(3) 棋盘式法：适宜中等面积、地势平坦、土壤不够均匀的地块，设分点 10 个左右；受污泥、垃圾等固体废物污染的土壤，分点应在 20 个以上；</p> <p>(4) 蛇形法：适宜于面积较大、土壤不够均匀且地势不平坦的地块，设分点 15 个左右，多用于农业污染型土壤。各分点混匀后用四分法取 1 kg 土样装入样品袋，多余部分弃去。</p>		果林类农作物采 0~60 cm。	
HJ 25.1-2019 建设用地土壤污染状况调查技术 导则	<p>1) 系统随机布点：污染分布均匀地块；</p> <p>2) 专业判断：潜在污染明确的地块；</p> <p>3) 分区布点：分布不均匀、但呈明显分区。</p> <p>4) 系统布点：分布情况未知、不均匀、地块面积大</p>	单点单层独立采样，不混合。	足够检测要素分析	表层、包气带、饱水带、污染物跃迁层、底层	根据理化性质选择不同器皿，常温或 4℃

2. 监测频次

参过“国家土壤监测网”监测频次，土壤背景和农用地中微塑料每5年监测不少于1次；建设用地按管理需求开展；其他可按实际监测和管理目标设置监测频次。

3. 采样量

按照三个规范中最大采样量，既每个监测点位、每个采样深度的土壤样品采集量约2 kg。

4. 采样器具

(1) 工具类：铁锹、铁铲、圆状取土钻、竹片以及适合特殊采样要求的工具等，**应避免使用塑料材质的工具。**

(2) 器材类：定位仪、罗盘、照相机、卷尺、不锈钢盆、样品箱等。

(3) 文具类：样品标签、采样记录表、铅笔、资料夹等。

(4) 安全防护用品：工作服、工作鞋、安全帽、药品箱等。

5. 土壤样品保存与流转

按照 HJ 166 通用规则：“在采样现场样品必须逐件与样品登记表、样品标签和采样记录进行核对，核对无误后分类装箱。运输过程中严防样品的损失、混淆和沾污。由专人将土壤样品送到实验室，送样者和接样者双方同时清点核实样品，并在样品交接单上签字确认，样品交接单由双方各存一份备查”。**同时考虑微塑料的光降解，增加“土壤样品使用 2 L 棕色广口玻璃瓶保存”这个条件。**

（六）土壤干样制备

1. 样品干燥

土壤干燥一般包括风干法和冷冻干燥法，其中风干法容易造成土壤板结，尤其是水稻土和黏土，板结后很难研磨且研磨时会造成土壤中微塑料二次破碎。冷感干燥法的样品酥松多孔、易于破碎，极大减少了土壤中微塑料二次破碎。因此优先推荐冷冻干燥法。

（1）冷冻干燥法

将土壤湿样用铝箔包裹，铝箔表面扎若干小孔便于水分升华，然后将土壤样品平铺在不锈钢材质冷冻干燥盘中，放入-20℃冰柜中冷冻 24 h，开启冷冻干燥机，待冷阱温度降至-50℃后，将冷冻好的样品放入冷冻干燥机中冷冻干燥 48 h。

（2）风干法

将土壤湿样用铝箔包裹，铝箔表面扎若干小孔便于水分蒸发，然后将土壤样品平铺在搪瓷盘底部，置于样品风干架上，在小于 40℃且避免阳光直射的条件下自然风干。

2. 筛分处理

参照 HJ166 的具体要求开展土壤研磨。其中为了减少土壤中微塑料二次破碎，采用了“土壤样品研磨在陶瓷研钵中将土壤样品**轻柔压碎**”，避免研磨动作。

此外土壤中残留的大于 5mm 的大塑料对污染溯源分析有着“至关重要的作用”，所以做了“全量通过 5 mm 金属筛筛分，过筛后的土壤样品装于用 2 L 棕色广口玻璃瓶中。每个土壤样品过筛后，均需收集截留在金属筛上的大塑料样品，用玻璃培养皿编号保存、待测，详见附录 A。”的规定。



图 5.5-1 土壤样品研磨分装

（七）样品前处理

1. 试剂和材料

本标准所用试剂材料如下：

- (1) 双氧水：含量 30%。
- (2) 无水乙醇：色谱纯。
- (3) 氯化钠溶液 ($\rho=1.2 \text{ kg/L}$)：室温条件下，每 1 L 纯水中少量多次加入分析纯氯化钠 370 g，充分搅拌溶解，此时氯化钠溶液密度约 1.2 kg/L。
- (4) 碘化钠溶液 ($\rho=1.8 \text{ kg/L}$)：室温条件下，每 1 L 纯水中少量多次加入分析纯碘化钠 1800 g，充分搅拌溶解，此时碘化钠溶液密度约 1.8 kg/L。
- (5) 过二硫酸钾溶液 ($c=0.2 \text{ mol/L}$)：称取过二硫酸钾 ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) 54.07 g，溶于少量水中，然后加入 10ml 浓硫酸混匀，再用纯水稀释至 1 L 即得硫酸酸化过二硫酸钾溶液。
- (6) 微塑料参考物：分别购置 $20\mu\text{m}\sim 100\mu\text{m}$ 、 $100\mu\text{m}\sim 500\mu\text{m}$ 、 $500\mu\text{m}\sim 5 \text{ mm}$ 三种尺寸的

常见微塑料参考物标准品，如聚乙烯（PE）、聚氯乙烯(PVC)、聚丙烯（PP）、聚乙烯对苯二甲酸酯（PET）、聚苯乙烯（PS）、聚碳酸酯（PC）、ABS 塑料（ABS）、尼龙（PA66）等。也可以购买相应的塑料原料，使用剪切、粉碎、筛分等手段制得不同粒径的微塑料参考物。

- (7) 空白土壤样品：土壤样品过 5 mm 金属筛，在马弗炉中 650 °C 下灼烧不少于 4 h，冷却至室温后，用干净的棕色玻璃瓶密封保存。

2. 仪器和设备

本标准所用仪器设备如下：

- (1) 洁净工作台或通风橱：使用前均应仔细清洗并使用吸尘器除尘，做到整洁，无尘。
- (2) 天平：精度为 0.01 g，最大量程大于 100 g。
- (3) 浮选杯：500 ml 高型玻璃烧杯（带盖）。
- (4) 真空干燥箱：45 °C±5 °C；
- (5) 普通干燥箱：105 °C±5 °C。
- (6) 电动搅拌器：0 r/min~1000 r/min，转速可调，配不锈钢搅拌棒。
- (7) 电加热干燥设备：可以稳定控温 55 °C±5 °C 的电热板、电热套、水浴锅或定量浓缩仪。
- (8) 玻璃抽滤套装：配外径 50 mm、内径 30 mm~40 mm 滤头，滤头不带玻璃砂芯和栅格（详见附录 B），配 500 ml~1000 ml 玻璃抽滤瓶。
- (9) 不锈钢滤膜：直径 50 mm，孔径为 20 μm 和 500 μm。可根据不同监测目的增加 100μm、300μm 等孔径不锈钢滤膜。
- (10) 消解瓶：玻璃材质，体积 200 ml~500 ml 的广口配非塑料材质瓶盖。
- (11) 培养皿：直径 60 mm，硼硅酸玻璃材质。
- (12) 浓缩管：50 ml~100ml 玻璃材质，可与 6.2.7 配套使用。
- (13) 长柄镊子：20 cm~25 cm 长，不锈钢材质。
- (14) 超声清洗机：使用时超声频率调至最低。
- (15) 体视显微镜：放大倍数 20 倍~40 倍。
- (16) 傅立叶变换红外光谱仪：波数范围 600 cm⁻¹~4000 cm⁻¹，配衰减全反射（ATR）附件。
- (17) 显微红外成像光谱仪：傅立叶变换原理波数范围 600 cm⁻¹~4000 cm⁻¹；激光原理波数

范围 975 cm⁻¹~1800 cm⁻¹。

(18)显微拉曼成像光谱仪：波数范围 100 cm⁻¹~4000 cm⁻¹。

(19)冷冻干燥机：冷阱温度小于-50℃。

3. 干物质和有机质含量测定

按照HJ 613 测定土壤样品干物质含量，按照NY/T 1121.6 测定土壤样品有机质含量。

4. 预消解

(1) 选择预消解的原因和理由：

分离富集后的微塑料样品中含有微生物、藻类、植物碎屑以及裹挟的土壤和沉积物颗粒等杂质，需要使用化学消解进一步去除这些杂质，以保证微塑料纯度和测定结果的准确性。此过程所使用方法主要包括酸处理法、碱处理法、氧化法和酶消解法等。目前最常用的是氧化法中双氧水氧化法和芬顿试剂氧化法，必要时会使用硝酸同时提供氧化性和酸性，当样品中含有较多石英砂杂质时会使用氢氟酸去除。

表 5.6-1 微塑料杂质去除方法

消解试剂	适用范围	存在问题
氢氟酸	仅适用于去除样品中的石英砂、硅酸盐。	
盐酸	适合去除分离富集时附着的无机盐杂质	消解效率较低，通常不能用于有机物的消解
氢氧化钾	适用样品中腐殖酸、藻类等生物样品的消解，比硝酸处理温和且对微塑料的结构影响较弱。	效率一般，无法去除无机杂质，必要时需二次分离去除无机杂质。
硝酸	效率高，有机质去除效果好，同时可以去除绝大多数无机盐。	但消解时，会破坏 ABS、PA、PS 和 PET 等类型聚合物，改变微塑料表面基团、降低筛分丰度。
硝酸-高氯酸	同硝酸，效率更高，可以彻底分解有机杂质。	同硝酸，且具有更强腐蚀性，会严重破坏微塑料的聚合度和形态。
双氧水	适用样品中腐殖酸、藻类等生物样品的消解，对微塑料的结构基本无影响。	效率一般，少数致密的纤维素无法完全消解，无法去除无机杂质，必要时需二次分离去除无机杂质。
芬顿试剂 (双氧水+硫酸亚铁)	氧化效率较双氧水高很多，适用样品中腐殖酸、藻类等生物样品的消解，对微塑料的结构基本无影响。	无法去除无机杂质，必要时需二次分离去除无机杂质。铁盐有时会出现水解情况。
过硫酸盐	氧化效率高，适用样品中腐殖酸、藻类等生物样品的消解，对微塑料的结构基本无影响。	当有记住大于 20%时，需要于双氧水联合使用
过硫酸盐+双氧水	氧化效率很高，适用多种样品中腐殖	双氧水要少量多次加入，避免产生

	酸、藻类等生物样品的消解，对微塑料的结构基本无影响。	泡沫溢出和样品急剧升温。
蛋白酶 K、纤维素酶等	适用于废水和生物样品，不会影响微塑料结构及微塑料含量且处理效率较高。	成本较高，无法去除无机杂质，必要时需二次分离去除无机杂质。

省环境监测中心，在 2021 年土壤微塑料前瞻性研究中，考虑想同步检测微塑料颗粒表面吸附的重金属和持久性有机污染物，为尽量不破坏微塑料表面吸附情况，采用了土壤样品不经过预消解，直接浮选操作，然后对浮选过程中出现的大量植物根茎等杂质，通过双氧水或芬顿试剂氧化法进行消解，消解后由于植物根茎会同步裹挟少量泥沙，影响后续仪器检测，需要增加二次浮选步骤。整体操作存在如下问题：

- 一是大量植物根茎不易消解，单纯的双氧水体系无法消解完全，后续改用芬顿试剂；
- 二是双氧水的氧化速率快容易产生大量泡沫，造成样品溢流损失，需要分多次滴加，
- 三是双氧水氧化和芬顿氧化放热较快，当温度超多 60 度时会造成微塑料改性，需要人工降温。
- 四是增加操作流程、步骤繁琐、条件控制较难，容易造成样品损失。

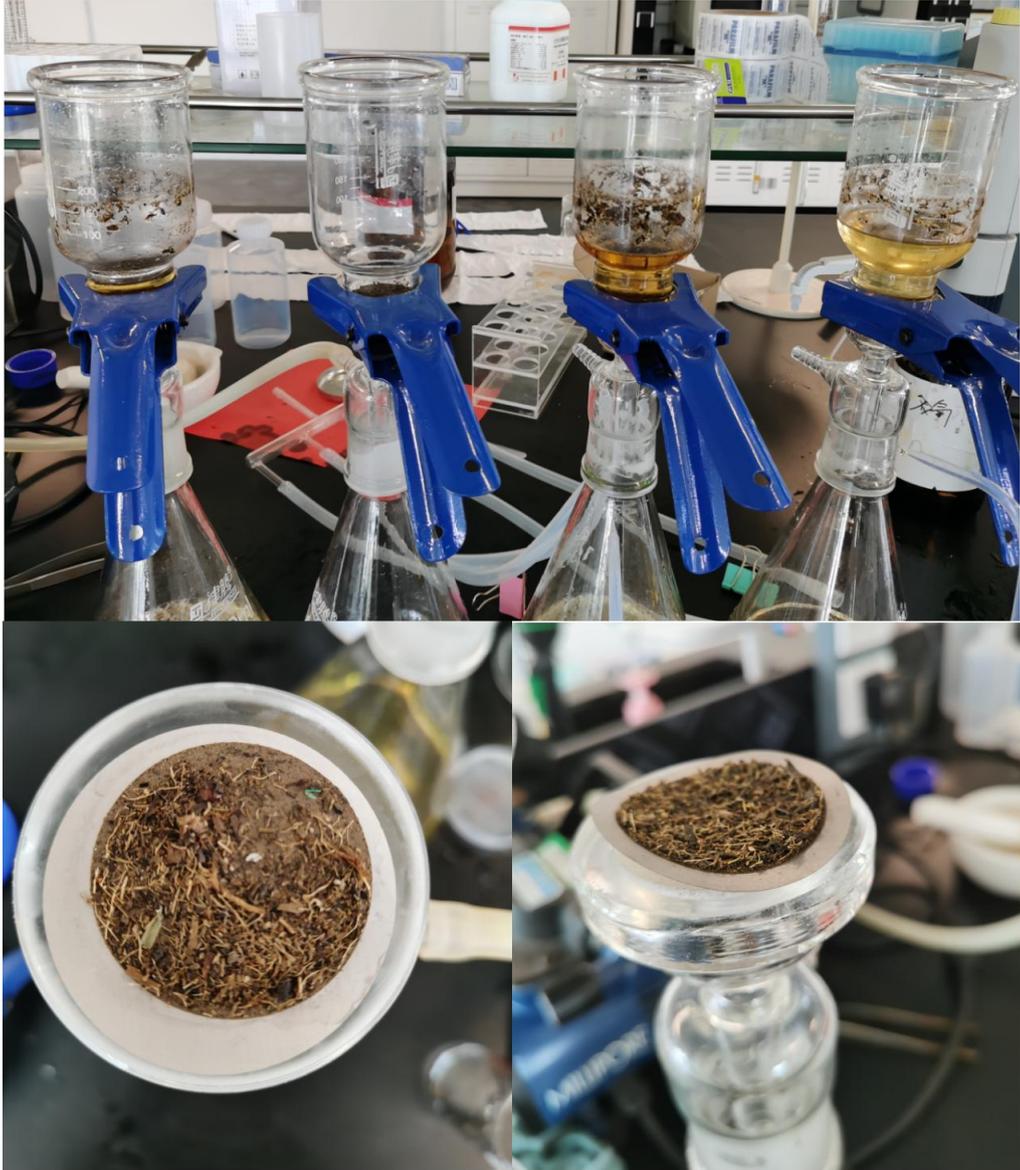


图 5.6-1 不经过预消解过滤的植物纤维情况



图 5.6-2 不经过预消解的样品消解液及过滤样品（泥沙较多）

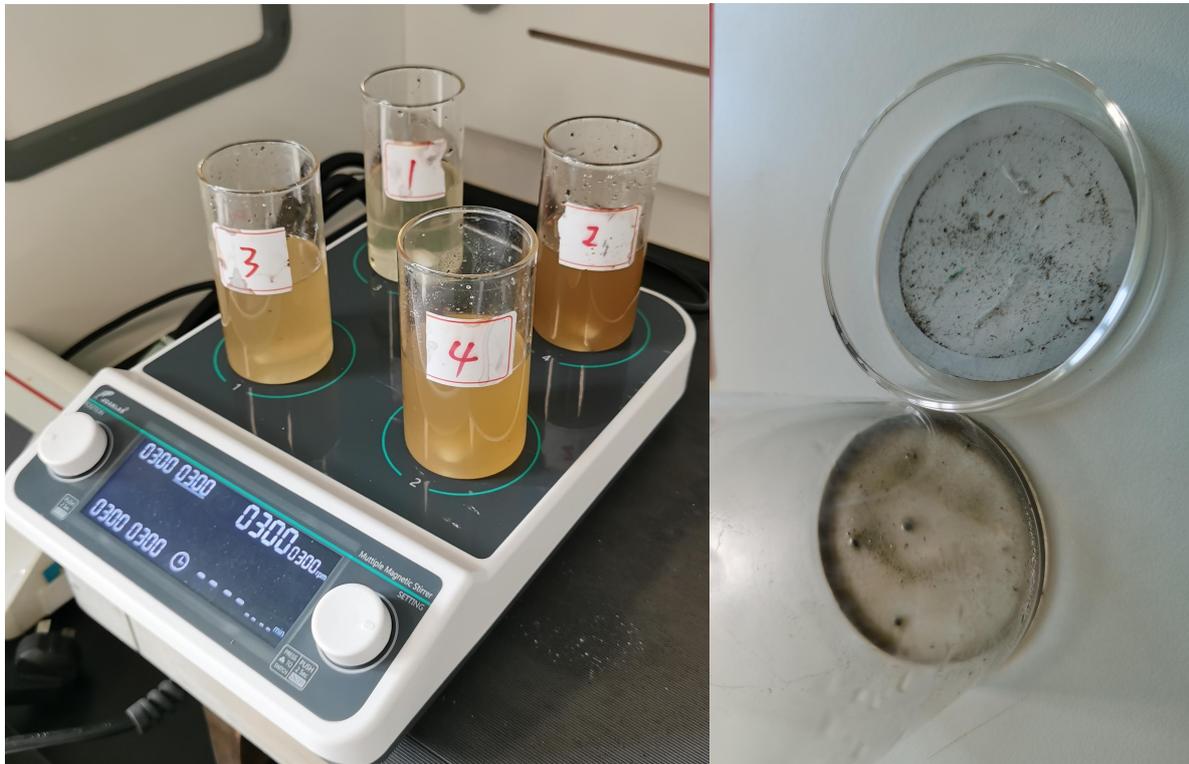


图 5.6-3 二次浮选去除泥沙

由于本标准只针对于微塑料的监测，从缩减操作流程、降低操作难度、提高浮选效率和回收率角度，采纳了南京大学的预消解方法。预消解可以有效去除土壤中的有机质和植

物根茎等的具有以下优点：

- 一是去除有机质和植物根茎，减少杂质干扰，提高检测效率，同时有利于微塑料上浮；
- 二是一定程度破坏土壤团聚结构、降低土壤粘性，更有利于微塑料上浮；
- 三是土壤沉降速率加快，静止分层时间缩短，提高工作效率。



图 5.6-4 土壤预消解情况

(2) 预消解操作对微塑料浮选效率的提升情况

土壤中有机质和黏土矿物易形成土壤团聚体，从而包裹微塑料，导致常规浮选法难以有效分离，影响检测准确性，造成微塑料含量的严重低估。我们的研究表明，预消解处理能高效解聚团聚体并去除表面有机质，显著提升微塑料的浮选回收率和检测可靠性：在有机质含量 7% 的森林土壤中，预消解处理使微塑料回收率提升 17%（图 5.6-5）；而在有机质含量高达 83% 的市政污泥中，微塑料检出量增加 2 倍以上（图 5.6-6），证明预消解处理对不同有机质含量样品中微塑料提取的显著增效作用，尤其在高有机质环境中效果更为突出。

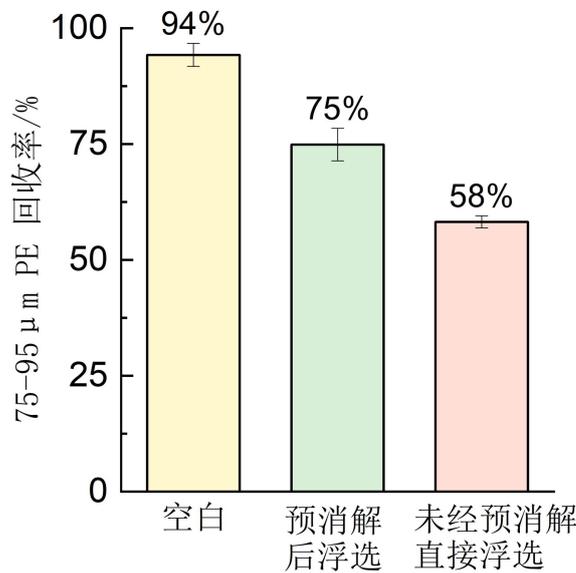


图 5.6-5 75-95 μm PE 加标至纯水（空白）和土壤中经 K₂S₂O₈ 消解前后的回收率

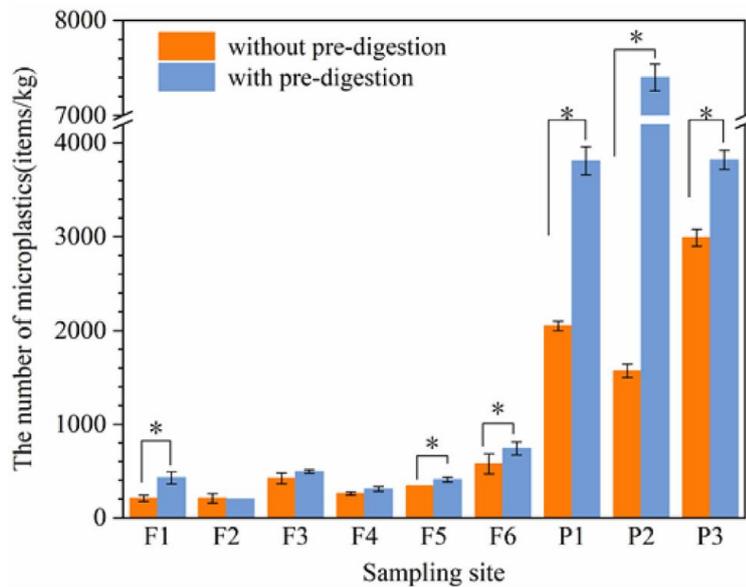


图 5.6-6 经预消解前后从土壤（F1-F6）和污泥（P1-P3）中的提取微塑料含量差异

（3）预消解操作步骤

称取 20.00 g~30.00 g 样品放入浮选杯，加入 100 ml 过二硫酸钾溶液，充分搅拌，使用铝箔封口后于室温（20 °C~35 °C）消解 8 h~12 h，期间每隔 1 个小时搅拌混匀 1 次，待土壤变为灰白色即可停止消解，如超过 12h 土壤仍未变为灰白色可以适当延长消解时间，最长不超过 24 h。消解样品静置冷却，待上清液澄清后可进入浮选阶段。如果土壤样品有

机质含量过高时(>20%)，可在消解过程中加入 50 mL 过二硫酸钾溶液后每隔 1 h 添加 5~10 mL 30% 双氧水，其余操作同上。

5. 样品浮选

(1) 样品密度范围

生产生活中常见的聚乙烯(PE)、氯乙烯(PVC)、聚丙烯(PP)、聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)、聚苯乙烯(PS)、聚碳酸酯(PC)、ABS塑料(ABS)、尼龙(PA)密度普遍在 0.89~1.45g/cm³ 之间，部分情况下为了增加塑料的强度及耐磨性，增加了玻璃纤维、矿物等物质以后，塑料密度会增加到 1.5~1.7g/cm³，个别材料会增加至 1.9~2.0g/cm³ 左右，此外聚四氟乙烯(PTFE)密度在 2.1~2.3g/cm³ 且具有较高的耐高温稳定性、耐腐蚀性和低摩擦系数在工程机械上广泛使用。

土壤环境生产生活中常见的废弃农用地膜、塑料包装袋、防尘网、一次性餐具、塑料瓶以及农用机械的配件等，其主要成分是 PE、PP、PVC、PET、PS、PA、PC、ABS 等，正常密度在 0.89~1.45g/cm³ 之间，改性材料密度范围一般也小于 1.6g/cm³。本标准选用的碘化钠密度在 1.8g/cm³，考虑碘化钠浮选时土壤中残留一定量的氯化钠，密度略有降低，但是碘化钠加入体积和氯化钠残留液体积，大于 3:1，混合溶液密度仍大于 1.65g/cm³，因此本标准拟浮选微塑料密度范围为小于 1.6g/cm³ 的微塑料。

表 5.6-1 常用塑料的密度(g/cm³)

材料		密度	材料		密度
聚丙烯	PP	0.89~0.93	尼龙 6-玻璃纤维	PA6-GF20	1.22~1.28
改性聚丙烯(滑石粉)	PP-T10	0.95~0.99		PA6-GF30	1.33~1.40
	PP-T20	1.03~1.07		PA6-GF35	1.38~1.44
	PP-T30	1.10~1.14		PA6-GF40	1.40~1.46
	PP-T40	1.19~1.25		PA6-GF50	1.54~1.60
聚丙烯-玻璃纤维	PP-GF20	1.10~1.14	低收缩改性塑料	PA6-(GF10+M20)	1.33~1.41
	PP-GF30	1.12~1.18		PA6-(GF15+M25)	1.40~1.52
		PP-GF40	1.19~1.25	聚己内酰胺尼龙 6	PA6-M30
聚丙烯长玻璃纤维	PP-LGF20	1.02~1.06	尼龙 66	PA66	1.12~1.16
	PP-LGF30	1.10~1.14	尼龙 66-玻璃纤维	PA66-GF15	1.20~1.26
	PP-LGF40	1.19~1.25		PA66-GF20	1.24~1.30
玻璃纤维毡增强热塑性复合材料	GMT-20	1.02~1.08		PA66-GF30	1.33~1.39
	GMT-30	1.07~1.17		PA66-GF35	1.36~1.44

材料		密度	材料		密度
聚丙烯-三元乙丙橡胶	GMT-40	1.17~1.27		PA66-GF40	1.43~1.51
	PP-EPDM	0.86~1.92		PA66-GF45	1.45~1.55
改性聚丙烯-三元乙丙橡胶(滑石粉)	PP-EPDM-T10	0.94~1.00		PA66-GF50	1.51~1.61
	PP-EPDM-T15	1.00~1.04		PA66-GF55	1.59~1.69
	PP-EPDM-T20	1.03~1.07		PA66-GF60	1.67~1.77
	PP-EPDM-T25	1.07~1.11	改性尼龙 66	PA66-M40	1.46~1.54
	PP-EPDM-T30	1.10~1.16	尼龙 11	PA11	1.03~1.06
低密度聚乙烯	LDPE	0.91~0.94	尼龙 12	PA12	1.00~1.06
高密度聚乙烯	HDPE	0.93~0.97	尼龙 46	PA46	1.16~1.20
聚甲醛	POM	1.40~1.44	尼龙 46-玻璃纤维	PA46-GF30	1.38~1.44
聚苯醚	PPO	1.03~1.07		PA46-GF40	1.47~1.53
聚酰胺纤维(尼龙)	PA	1.13~1.16	尼龙 612	PA612	1.05~1.07
聚苯醚+尼龙	PPO+PA	1.06~1.10	聚对苯二甲酰己二胺	PA6/6T	1.13~1.19
聚对苯二甲酸丁二醇酯	PBT	1.30~1.35	聚对苯二甲酰己二胺-玻璃纤维	PA6/6T-GF30	1.33~1.41
对苯二甲酸丁二醇酯+玻璃纤维	PBT+GF10	1.40~1.45	聚酰胺 66/6 共聚物	PA66/6T	1.12~1.18
	PBT+GF20	1.45~1.50	聚酰胺 66/6 共聚物-玻璃纤维	PA66/6T-GF30	1.44~1.52
	PBT+GF30	1.50~1.55	改性聚酰胺 66/6 共聚物	PA66/6T-M30	1.44~1.49
聚对苯二甲酸乙二醇酯	PET	1.33~1.45	热塑性聚酰胺弹性体	TPA	1.0~1.15
改性对苯二甲酸丁二醇酯/对苯二甲酸乙二醇酯混聚物	PBT/PET-T20	1.47~1.53	聚己二酰间苯二甲胺-玻璃纤维	PA-MXDD6(PA A)-GF30	1.39~1.47
聚对苯二甲酸乙二醇酯-玻璃纤维	PET-GF20	1.47~1.53	聚甲基丙烯酸甲酯(亚克力)	PMMA	1.17~1.20
	PET-GF30	1.54~1.62	共聚碳酸酯	PC-HT	1.12~1.20
	PET-GF40	1.63~1.73	氯乙烯	PVC	1.38~1.43
聚己内酰胺(尼龙 6)	PA6	1.12~1.15	聚苯硫醚-玻璃纤维+矿物复合材料	PPS-(GF+MD)65	1.90~2.01
尼龙 6-玻璃纤维	PA6-GF15	1.20~1.26	聚砜	PSU	1.21~1.27
丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物	ABS	1.04~1.08	聚砜-玻璃纤维	PSU-GF30	1.48~1.56
脂肪醇聚氧乙烯醚硫酸钠	AES	1.02~1.06	液晶聚合物	LCP	1.35~1.71
丙烯腈、苯乙烯和丙烯酸酯三元接枝共聚	ASA	1.06~1.09	液晶聚合物-玻璃纤维	LCP-GF30	1.58~1.66

材料		密度	材料		密度
物					
聚碳酸酯	PC	1.18~1.22	液晶聚合物-矿物	LCP-M30	1.59~1.67
聚碳酸酯-丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物	PC+ABS	1.10~1.16	聚醚砜	PES	1.34~1.40
聚碳酸酯-	PC+ASA	1.12~1.18	聚醚砜-玻璃纤维	PES-GF30	1.50~1.56
聚碳酸酯	PC+PBT	1.18~1.23	聚醚酰亚胺	PEI	1.24~1.30
聚苯乙烯	PS	1.03~1.07	聚酰亚胺	PI	1.35~1.41
尼龙+丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物	PA+ABS	1.04~1.10	聚醚醚酮	PEEK	1.27~1.33
热塑性弹性体	TPS	0.9~1.2	聚醚醚酮-玻璃纤维	PEEK-GF30	1.46~1.54
热塑性聚烯烃	TPO	0.9~1.05		PEEK-CF20	1.37~1.43
热塑性硫化橡胶	TPV	0.95~1.0	聚苯硫醚	PPS	1.33~1.39
热塑性聚氨酯弹性体	TPU	1.05~1.25	聚苯硫醚-玻璃纤维	PPS-GF40	1.62~1.70
热塑性高分子复合材料	TPC	1.15~1.4	聚四氟乙烯	PTFE	2.12~2.17
聚芳酯	PAR	1.20~1.26			



图 5.6-7 8 种常见的塑料颗粒

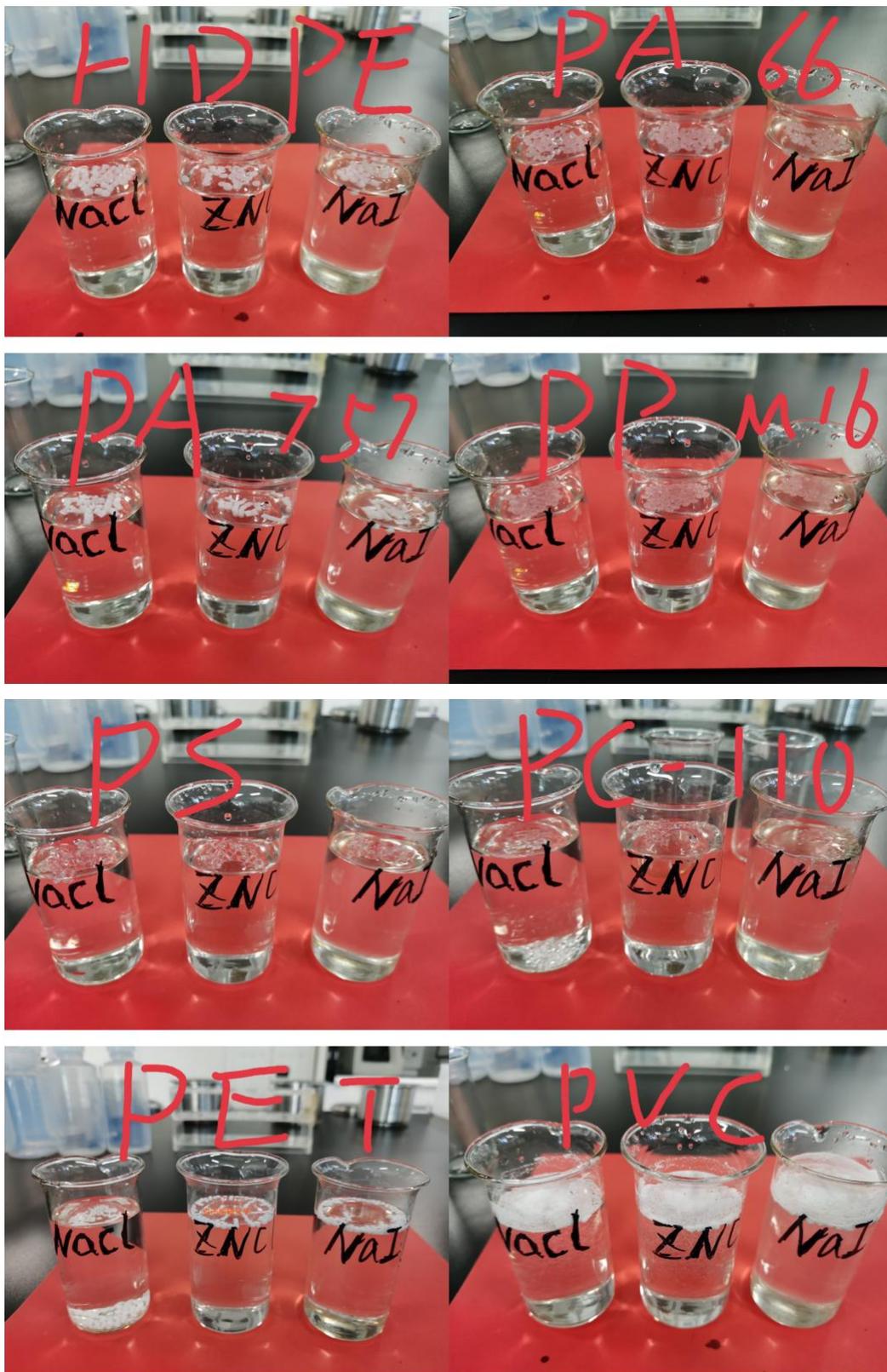


图 55.6-8 常见的塑料颗粒的浮力测试

(2) 浮选剂选择

从浮选方法的设备投入、操作便捷角度本标准选择密度浮选法。同时本标准拟的微塑料密度范围是小于 1.6g/cm^3 ，所以可选择的浮选剂包括氯化锌、碘化钠和氯化钠-碘化钠。其中氯化锌有毒性、有腐蚀性，且氯化锌在使用时会发生水解生成氢氧化锌，絮状的氯化锌会包裹部分微塑料，此外 1.6g/cm^3 氯化锌接近饱和状态在浮选土壤样品时，由于其他溶质的进入，也会造成氯化锌析出或生成锌盐沉淀从而包裹部分微塑料。因此本标准选择氯化钠和碘化钠作为浮选剂。

表 5.6-2 微塑料浮选液适用范围

分离液	适用范围	特点
蒸馏水(H_2O , 1.0g/cm^3)	密度 $<1.0\text{g/cm}^3$ 的微塑料	适用范围小
氯化钠(NaCl , 1.2g/cm^3)	低密度微塑料	价格低廉，适用低密度微塑料
氯化锌(ZnCl_2 , 1.6g/cm^3)	高密度微塑料	有毒，有腐蚀性，易生成絮凝沉淀，干扰检测。
碘化钠(NaI , 1.8g/cm^3)	绝大多数微塑料	成本较高，适用范围广
氯化钠-碘化钠 ($1.2\text{-}1.8\text{g/cm}^3$)	明确目标样品的微塑料种类和密度	可以有效节省成本。

(3) 滤膜选择

文献调研结果显示，土壤样品中的微塑料经过浮选后上清液需要通过滤膜过滤富集，其中滤膜主要包括玻璃纤维滤膜、醋酸纤维滤膜、核孔滤膜和不锈钢滤膜。其中玻璃纤维滤膜表面易吸附土壤颗粒和微塑料颗粒，不容易清洗和刮洗，且易脱落玻璃纤维，给样品回收和后续检测造成影响；醋酸纤维滤膜、核孔滤膜，虽然表面光滑但是在清洗和刮洗时容易破裂造成样品损失、甚至样品报废；不锈钢滤膜具有孔径可选、表面光滑、耐冲洗和刮洗、可重复利用等特点。同时本标准的微塑料检测尺寸为 $20\ \mu\text{m}\sim 5\text{mm}$ ，因此本标准选用孔径为 $20\ \mu\text{m}$ 的不锈钢滤膜，以减少被测样品损失，滤膜尺寸选择 50mm 以便于与常规的玻璃滤器、烧杯、浓缩管等配套使用。

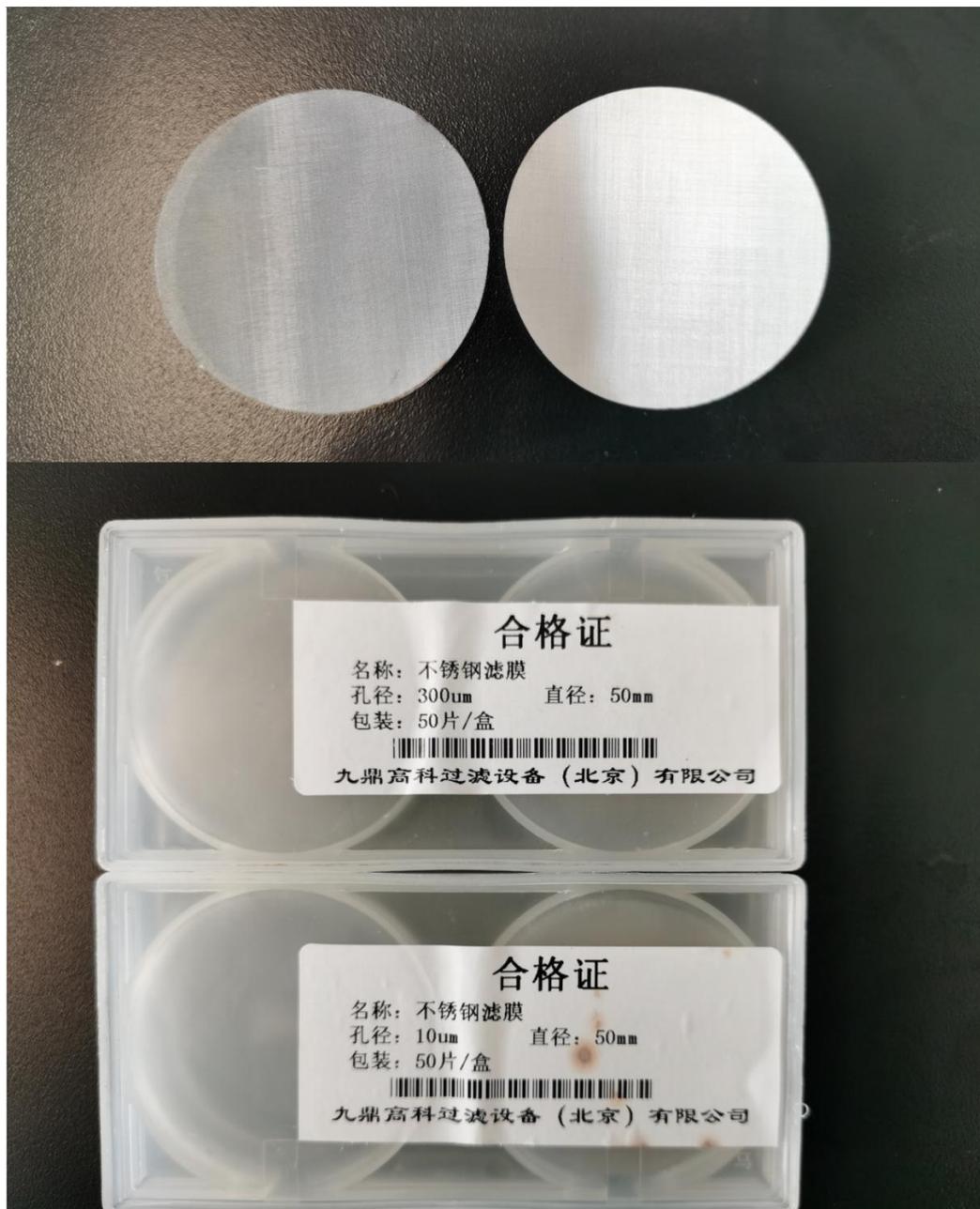


图 5.6-9 不锈钢滤膜

(4) 浮选次数

文献调研结果显示目前密度浮选法普遍浮选 2~3 次。此外本标准预实验加标回收率实验结果显示，浮选 3 次人工加入的标准聚乙烯微球 (PE)、聚氯乙烯纤维 (PVC)、聚碳酸酯 (PC)、聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 的加标回收率都大于 90%，长纤维类除个别情况外，也能达到 90%以上因此本标准的浮选次数拟定在 3 次。

表 5-4 微塑料加标回收率实验

序号	土壤取 样量	微塑料加标种类	回收率%	检测单位
1	20g	标准聚乙烯微球 (PE) 500~600 μm	100%	省环境监测中 心
2	20g	标准聚乙烯微球 (PE) 125~150 μm	94%	
3	20g	聚氯乙烯纤维 (PVC) 500~2000 μm	96%	
4	20g	聚氯乙烯碎片 (PVC) 200~1000 μm	100%	
5	20g	聚碳酸酯碎片 (PC) 200~1000 μm	100%	
6	20g	标准聚乙烯微球 (PE) 500~600 μm	100%	自然资源部第 三海洋研究所
7	20g	标准聚乙烯微球 (PE) 125~150 μm	100%	
8	20g	聚氯乙烯碎片 (PVC) 200~1000 μm	100%	
9	20g	聚碳酸酯碎片 (PC) 200~1000 μm	100%	南京大学
10	20g	标准品荧光绿聚乙烯微球 (PE) 75-90 μm	93%	
11	20g	标准品红色聚乙烯微球 (PE) 125-150 μm	98%	
12	20g	聚酰胺纤维 (PA) 直径 40 μm 、长 1 mm	92%	
13	20g	聚丙烯腈纤维 (PAN) 直径 20 μm 、长 1 mm	75%	
14	20g	聚对苯二甲酸丁二酯纤维 (PBT) 直径 60 μm 、长 1 mm	92%	
15	20g	聚对苯二甲酸乙二酯纤维 (PET) 直径 10 μm 、长 1 mm	68%	
16	20g	聚丙烯纤维 (PP) 直径 50 μm 、长 1 mm	91%	
16	20g	聚丙烯纤维 (PP) 直径 50 μm 、长 1 mm	91%	



图 5.6-10 土壤微塑料标准品

(5) 样品浮选操作步骤

- ① 使用玻璃抽滤套装 (6.2.8), 配 20 μm 不锈钢滤膜 (6.2.9), 在负压小于 0.05 MPa 条件下对上清液 (6.4) 进行过滤。
- ② 向预消解后的土壤样品 (6.5.1) 中, 加入 200 ml 氯化钠溶液 (6.1.3), 电动搅拌或手动搅拌 5 min~10 min, 转速以液面刚刚有漩涡即可, 以便于微塑料颗粒上浮。
- ③ 取出并冲洗搅拌棒, 用铝箔封口后静置溶液, 待土壤颗粒全部沉降于杯底, 上层

溶液澄清透明后，使用溢流方式将上清液小心转移至 6.5.1 的滤器中，不要造成杯底土壤扰动，以免堵塞滤膜。抽滤瓶内的溶液转移至废液桶并用纯水冲洗抽滤瓶。

④ 向沉降的土壤样品（6.5.3）中加入 200 ml 碘化钠溶液（7.1.4）重复 6.5.2~6.5.3 操作两次，然后用纯水冲洗滤杯和滤膜。将滤膜转移至消解瓶（6.2.10）中备用。抽滤瓶内的碘化钠溶液回收备用。

6. 样品消解

向消解瓶中加入 20 mL 双氧水（6.1.1），用长柄镊子搅动或超声使滤膜表面的颗粒物脱附，然后将滤膜缓慢拿出，并用双氧水冲洗镊子和滤膜正反面。盖上盖子，室温消解至消解液中没有明显的有机碎屑、残渣或胶体，否则需补加 10mL 双氧水继续消解。

注： 经过预消解和浮选后，再次消解是为了彻底消除可能对实验结果存在干扰的有机碎屑、残渣或胶体。

7. 分级过滤

一方面由于人类肉眼辨识和手工挑拣的微塑料尺寸范围是大于 100 μm 的微塑料颗粒；另一方小于 500 μm 的微塑料颗粒就可以实现自动化检测，但是与肉眼和手工检测相比仪器存在无法识别样品的形态和颜色。综合考虑市县监测机构人员肉眼辨识和手工操作水平有限，本标准规定对微塑料样品采用分级过滤，其中 500 μm 以上的后续会选择体式显微镜和傅里叶红外光谱仪进行人工检测，20~500 μm 的统一使用显微成像光谱仪进行自动检测，同时兼顾到更高的工作需求，可以增加 50 μm 、100 μm 、300 μm 等不同粒径分级，为同步获取微塑料形态和尺寸信息，建议 $\geq 100\mu\text{m}$ 的按照 6.7.1 操作。具体操作如下：

（1）使用 500 μm 的不锈钢滤膜，将消解液（6.6）全量过滤，并用纯水冲洗消解瓶，洗涤液合并过滤。然后使用无水乙醇分三次冲洗滤膜以去除水分，然后将 500 μm 不锈钢滤膜放入培养皿（6.2.11）中加盖备用。

（2）使用 20 μm 的不锈钢滤膜，将（6.7.1）滤液全量过滤，并用纯水冲洗消解瓶，洗涤液合并过滤。然后使用无水乙醇分三次冲洗滤膜以去除水分，然后将 20 μm 不锈钢滤膜放入浓缩管（6.2.12）中备用。

注： 可根据不同监测目的增加 50 μm 、100 μm 、300 μm 等孔径不锈钢滤膜过滤，其中 $\geq 100\mu\text{m}$ 的按照（1）操作， $< 100\mu\text{m}$ 的按照（2）操作。

8. 样品干燥与浓缩

由于使用体式显微镜和傅里叶红外光谱仪人工检测的微塑料需要进行干燥处理，而使用显微成像光谱仪进行自动检测的微塑料样品需要浓缩制备成悬浊液，所以对不同尺寸的微塑料选择了不同的处理方式。

- (1) 将盛有 500 μm 不锈钢滤膜的玻璃培养皿（6.7.1）放置在真空干燥箱中，45 $^{\circ}\text{C}$ 真空干燥 2h，取出后放置在干燥器中待测。
- (2) 向盛有 20 μm 不锈钢滤膜的浓缩管（6.7.2）中少量多次加入无水乙醇，用长柄镊子搅动或超声震荡使滤膜表面的颗粒物脱落，然后将滤膜缓慢拿出，并用无水乙醇反复冲洗镊子和滤膜正反面。
- (3) 将浓缩管中的无水乙醇加热（55 $^{\circ}\text{C}$ \pm 5 $^{\circ}\text{C}$ ）浓缩至体积小于 1 mL，然后转移至 2 mL 液相用玻璃进样瓶中，使用少量无水乙醇冲洗浓缩管 2~3 次，冲洗液合并转移到进样瓶中定容至 2mL，4 $^{\circ}\text{C}$ 的冰箱冷藏保存。

（八）样品检测

本部分规定了体式显微镜、傅立叶变换红外光谱仪法、显微成像光谱仪法 3 种仪器设备的定性、定量的基础要求和测试粒径范围，未对仪器的性能、参数、操作进行规定，因为本标准是监测技术规范，详细的仪器检测部分后续会有 GB、HJ 等上位仪器分析方法发布，本标准可以直接参考使用。

1. 材质定性

微塑料上机检测生成红外光谱图或拉曼光谱图后，需与仪器的标准谱库进行匹配分析，与标准谱库匹配度 $\geq 70\%$ 的，选择匹配度最高的微塑料材质类型作为该颗粒的材质类型。不同类型仪器检测方法见 7.2~7.4，检测单位可根据自身仪器配置情况选择相应的仪器，微塑料检测尺寸覆盖 20 μm ~5 mm 即可。

2. 体式显微镜法

首先将标准文本 6.8.1 的滤膜上未消解掉的植物纤维剔除，然后将可能是微塑料的固体物质逐一置于体式显微镜下观察，将其颜色和形态（附录 C）以及尺寸记录于表 D.1，统计结果记录于表 D.2。

3. 傅立叶变换红外光谱仪法

逐一将标准文本 7.2 中可能是微塑料的固体物质，使用傅立叶变换红外光谱仪鉴定成分记录于表 D.1，统计结果记录于表 D.2。若匹配度小于 70%，需将样品重新使用乙醇（标准文本 6.1.2）超声清洗、干燥（标准文本 6.8.1）或选取样品其他位置重新采集谱图，匹配度仍小于 70% 不予认定为塑料。

4. 显微成像光谱仪法

逐一对标准文本 6.8.3 的微塑料悬浊液进行制样，并使用显微红外成像光谱仪或显微拉曼成像光谱仪进行检测，记录微塑料成分和尺寸（附录 D.3）。若匹配度小于 70% 不予认定为塑料。

制样：先将微塑料悬浊液充分摇匀震荡后超声处理（约 40 kHz、50 W~80 W、3 min~5 min）确保颗粒均匀分散开，再使用微量滴管每次吸取约 20 μ L 悬浊液滴至载玻片或抽滤至石英（或氧化铝）滤膜上。根据样品浓度调整滴加次数。使用体视显微镜观察载玻片或滤膜，通过调整滴加间距控制颗粒密度，避免相邻颗粒产生光学干扰（以单颗粒可辨、无重叠堆积为判定标准）。单个样品允许使用多张载玻片或滤膜进行分散。将载玻片或滤膜移入洁净玻璃培养皿，加盖后置于洁净工作台内，待乙醇挥发完全后检测。

注：如标准文本 6.7.1 增加了 $100 \mu\text{m} \leq \text{尺寸} < 500 \mu\text{m}$ 的不锈钢滤膜过滤，则建议使用体式显微镜（7.2）、傅立叶变换红外光谱仪（7.3）进行检测，以增加微塑料颜色和形态信息；如标准文本 6.7.2 增加了 $20 \mu\text{m} < \text{尺寸} < 100 \mu\text{m}$ 的不锈钢滤膜过滤，则均应使用显微成像光谱仪（7.4）进行检测。

（九）结果计算与统计

1. 丰度计算

按下式计算土壤微塑料的丰度：

$$\sum A_i = \frac{N_i - B_i}{M \times W_{dm}} \times 1000$$

式中：

i ——微塑料颗粒尺寸范围，包括 $500 \mu\text{m} \sim 5 \text{mm}$ 、 $20 \mu\text{m} \sim 500 \mu\text{m}$ 等。

A_i ——土壤样品中微塑料丰度，单位为个/kg；

N_i ——土壤样品中微塑料总数，单位为个；

B_i ——实验空白中微塑料总数，单位为个；

M ——土壤样品重量，单位为g；

W_{dm} ——土壤干物质含量，单位为%；

微塑料丰度结果宜保留小数点后两位。

2. 结果统计

体式显微镜和傅里叶红外光谱仪检测的微塑料分别统计不同形态、颜色、成分及不同尺寸范围的微塑料数量、丰度，计算其占微塑料总量的比例，记录于表 B.1 和 B.2；纤维成像系统检测的微塑料分别统计不同成分、不同尺寸范围的微塑料数量、丰度，计算其占微塑料总量的比例，记录于表 B.3。

（十）质量控制和质量保证

1. 实验室环境

本文件中土壤风干室或冷冻干燥机、研钵、金属筛、研磨通风橱、消解通风橱和洁净工作台等设备，使用前均应仔细清洗并使用吸尘器除尘，做到整洁，无尘。其中，试剂配制、样品浮选、分级过滤、干燥、浓缩均应在洁净工作台内操作。

2. 实验试剂

本文件所使用的纯水、双氧水、无水乙醇、氯化钠溶液、碘化钠溶液、过二硫酸盐溶液，在使用前均需经 $0.45\mu\text{m}\sim 2\mu\text{m}$ 的玻璃纤维滤膜过滤后，盛于玻璃螺口瓶中备用，瓶盖使用铝箔垫片，以去除试剂中可能含有的被测尺寸的微塑料，降低试剂空白。

3. 土壤样品采集与制备

依据 HJ/T 166 相关要求开展土壤样品采集与制备质量控制。

4. 全程序空白

采样前在实验室将一份空白土壤样品封装在 2.0L 棕色广口玻璃瓶中，将其带到现场。与采样的样品瓶同时开盖和密封，随样品运回实验室，按与其他样品相同的分析步骤进行处理和测定，用于检查样品采集到分析全过程是否收到污染。

5. 实验室空白样品

每分析一批（20 个）样品至少做一个实验室空白，用于扣除实验环境背景影响。空白样品不称取土壤样品，其他操作与实际样品保持一致。

6. 样品加标回收测定

采用分级加标，每分析一批（20 个）样品至少做一个加标回收测定，100 μm ~5 mm 尺寸实际样品加标回收率应在 70~110%之间；20 μm ~100 μm 尺寸空白样品加标回收率应在 50~130%之间。

注：100 μm ~5 mm 尺寸实际样品加标回收率应在 70~110%之间的回收率是基于前期江苏省环境监测中心、南京大学、自然资源部第三海洋所的实际实验的回收率；以及我们收集到中国环境监测总站《土壤 微塑料的测定 傅立叶变换显微红外光谱法 标准文本》的土壤样品 6 家验证加标回收率，“空白土壤加标样品 PE、PP、PVC、PS、PET、PA 加标回收率均值范围为 79.2%~98.3%”；石英砂加标样品 PE、PP、PVC、PS、PET、PA 加标回收率均值范围为 81.7%~98.9%。

目前国内学者普遍采用 $\geq 100 \mu\text{m}$ 的塑料标准品进行加标，理由是次尺寸以上的标准品肉眼可见、形状规则、颜色鲜艳，可以人为排除掉实验室环境的不确定性引入的误差。

20 μm ~100 μm 尺寸空白样品加标回收率，暂时选择一个通用区间（50~130%）还需要进一步收集相关资料或者开展验证实验。目前省监测中心和南京大学的加标实验显示，由于实验室缺少超净实验室，现有的环境条件具有很大的不确定性，仪器设备仅能给出微塑料的成分和尺寸范围，无法判断是人工加标还是环境背景。目前回收率在 20~150% 都出现过。

（1）100 μm ~5mm 微塑料样品加标

每批次（>20 个）样品至少做一个加标回收测定。选择 1~2 种形状规则、颜色鲜艳的 500 μm ~5 mm 或中 100 μm ~500 μm 微塑料参考物进行加标实验，加标回收率应在 70~110%之间。

a) 向空白土壤样品中加入微塑料标准颗粒，每种尺寸不少于 100 个。

b) 测试加标回收率的样品，在分级过滤后的 500 μm 滤膜和 20 μm 滤膜上，使用体视显微镜人工挑选出与加标尺寸和形状一致的微塑料颗粒进行记录，计算加标回收率。500 μm 滤膜和 20 μm 滤膜上的其他颗粒按照正常流程完成检测。

（2）20 μm ~100 μm 微塑料样品加标

选择 1~2 种形状规则、颜色鲜艳的小尺寸（20 μm ~100 μm ）微塑料标准品进行

加标实验

a) 配制一定浓度的小尺寸（20 μm ~100 μm ）微塑料颗粒悬浊液，按照显微红外和拉曼成像系统制样步骤，制成载玻片并采用体视显微镜检测载玻片上微塑料颗粒数量，然后使用无水乙醇将载玻片上的微塑料全量转移至空白土壤中。

b) 开展浮选、消解、过滤和检测工作，计算加标回收率。

（十）注意事项

1. 双氧水具有强氧化性，使用时应注意安全，小心操作、防止溅落至皮肤和衣物上。
2. 土壤样品研磨制备时不能使用粉碎机和球磨机，以免造成微塑料样品大量破碎。
3. 实验过程尽量关闭实验室门窗，减少室内空气流动，人员应穿戴棉制衣物和手套。
4. 由于 7.5 步骤是土壤悬浊液，搅动阻力大，需选用带搅拌棒的电子搅拌器，且搅拌棒拨片长度略小于浮选杯直径，同时要深入浮选杯底部，以保证全部土壤都被搅动起来，不出现死体积。
5. 7.5.3 步骤回收的碘化钠溶液，需补加碘化钠至过饱和状态，经过 0.45 μm 玻璃纤维滤膜过滤后，可再次作为浮选溶液使用。
6. 7.7.1 中乙醇冲洗液不能合并进入消解液，以免与残留双氧水发生反应。

六、重大分歧的的处理过程和依据

本标准技术路线科学合理，两次技术座谈会和征求意见前技术审查会均无重大分歧问题。

七、与法律法规和国家标准的关系

本标准是依据《新污染治理行动方案》（国办发〔2022〕15号）和《江苏省新污染治理工作方案》（苏政办发〔2022〕81号）有关要求，贯彻落实《江苏省土壤污染防治条例》《关于印发江苏省深入打好净土保卫战实施方案的通知》（苏政办发〔2022〕78号）相关工作而提出的监测技术规范，旨在建立一套土壤微塑料监测技术规范，与现行土壤监测调查规范的布点原则和采样方法相衔接，以保证样品的代表性；统一前处理的流程和试剂，以保证样品分析结果的准确性；结合污染治理需求统一微塑料检测的尺寸范围，以保证监测数据和评价结论的可比性，指导土壤微塑料本底调查，为塑料污染溯源监测和精准管控提供有力支撑。目前国家没有土壤微塑料监测方面的国标、行标和地标，中国环境监测总站、中国环境科学研究院等上级单位正在开展预研究的均是土壤微塑料的仪器分析方法，本标准在立项之初就与相关单位进行了沟通，本标准是监测规范、侧重于对点位布设、样品采集、样品前处理、数据统计、全流程质量控制，在仪器检测分析部分仅提出了定性、定量要求，未对仪器的性能、参数、具体操作步骤进行限定，本规范可直接引用后续发布的土壤微塑料的仪器检测方法标准。与现有的地标和团标等不存在重叠和冲突，与中国环境监测总站、中国环境科学研究院等上级单位正在开展预研究的均是土壤微塑料的仪器分析方法是互补关系。

（一）国家相关法律法规

1. 2017年，《GB 13735-2017 聚乙烯吹塑农用地面覆盖地膜》，禁用0.01mm，非纯聚乙烯的农膜。
2. 2019年，《国家海洋环境监测方案》，均部署了海洋微塑料监测任务。
3. 2020年，国家发展和改革委员会《关于进一步加强塑料污染治理的意见(发改环资〔2020〕80号)》，《关于扎实推进塑料污染治理工作的通知(发改环资〔2020〕1146号)》，《相关塑料制品禁限管理细化标准（2020年版）》。

4. 2021年，《推动长江经济带发展领导小组办公室关于印发〈“十四五”长江经济带塑料污染治理实施方案〉的通知》（长江办〔2021〕16号），要求开展塑料垃圾及微塑料污染机理、监测、防治技术等相关研究。
5. 2021，《国家发展改革委 生态环境部关于印发“十四五”塑料污染治理行动方案的通知（发改环资〔2021〕1298号）》。进一步完善塑料污染全链条治理体系，压实地方、部门和企业责任，聚焦重点环节、重点领域、重点区域，积极推动塑料生产和使用源头减量、科学稳妥推广塑料替代产品，加快推进塑料废弃物规范回收利用，着力提升塑料垃圾末端安全处置水平，大力开展塑料垃圾专项清理整治，大幅减少塑料垃圾填埋量 and 环境泄漏量，推动白色污染治理取得明显成效。
6. 2022年，《国务院办公厅关于印发新污染物治理行动方案的通知》（国办发〔2022〕15号），针对列入优先控制化学品名录的化学物质以及抗生素、微塑料等其他重点新污染物，制定“一品一策”管控措施，开展管控措施的技术可行性和经济社会影响评估，识别优先控制化学品的主要环境排放源，适时制定修订相关行业排放标准。
7. 2023年，国家发展改革委办公厅、生态环境部办公厅，印发《塑料污染治理2023年工作要点》。

表 2-1 国外土壤中微塑料污染状况汇总

国家	研究区域	土地利用类型	形态	聚合物类型	尺寸/mm	丰度/(个/kg)
西班牙	巴伦西亚	污泥施用农田、普通农田	碎片>纤维>薄膜	/		930 ± 740 ^a 1100 ± 570 ^b 2130 ± 950 ^c 3060 ± 1680 ^d
智利	梅丽皮亚县	污泥施用农田	纤维	/	<2	1.1~3.5 ^e
西班牙	穆尔西亚	覆膜菜地	/	/		2116± 1024
韩国	京畿道	水稻田	碎片>薄片 >纤维	PE > PP	0.2~0.3	160 ± 93
		覆膜农田	纤维 >碎片>薄片	PP > PE >PS > PET	1.0~2.0	81 ± 77
		温室内	碎片 >纤维 >薄片	PE > PET> PP	0.1~0.2	1880 ± 1563
		温室外	纤维 >薄片>碎片	PP > PE >PET	0.2~0.3	1302 ± 2389
瑞士	洪泛平原	湿地土壤	/	PE>PS>PP	0~5	0~593
印度	尼特雷迪河	河滨土壤	纤维>薄膜>碎片	PE>PET>PP	0.3~5	84.45
西班牙	地中海	海草土壤	/			68~8832
澳大利亚	悉尼	工业用地	/	PVC>PE>PS	0~1	300~67500
伊朗	阿瓦士市	城市土壤、工业土壤	纤维	PET>尼龙		100~3135、80~122
韩国	京畿道骊州市	林地、城市用地、农用地	碎片>薄膜>纤维	PE>PP	0~5	700
智利	中央山谷	粮食产地草场、牧场、天然草地	纤维>薄膜>碎片	丙烯酸树脂 (ACR) > 聚醚砜树脂 (PES) > 尼龙>PVC	/	306 ± 360、184 ± 266 / /
德国	北部	农田	薄膜>碎片>薄片	PE>PP>尼龙>PA	1~5	0~217.8

注：a，未施用污泥农田中轻质微塑料 ($\rho < 1.0 \text{ g/cm}^3$) 丰度；b，未施用污泥农田中重质微塑料丰度 ($\rho > 1.0 \text{ g/cm}^3$)；c，施用污泥农田中轻质 ($\rho < 1.0 \text{ g/cm}^3$) 微塑料；d，施用污泥农田中重质微塑料丰度 ($\rho > 1.0 \text{ g/cm}^3$)；e，单位是 mg/kg。

表 2-2 我国土壤中微塑料污染状况汇总

研究区域	土地利用类型	形态	聚合物类型	尺寸/mm	丰度/(个/kg)
新疆石河子	覆膜农田	薄膜	PE	0.007~5	80.3 ± 49.3 ^a 308 ± 138.1 ^b 1075.6 ± 346.8 ^c
山东寿光	设施农业土壤、露天农业土壤	碎片>薄膜>纤维>小球>泡沫	PP>乙烯丙烯酸共聚物(EAA)>PE >PS>PET	0~5	310~5698
西藏、云南、四川、青海	温室农田、覆膜农田、耕地草地	薄膜>碎片>纤维	PE>PA>PS>PP	0~2	53.2 ± 29.7、43.9 ± 22.3
陕西	农田	纤维	PS>PE>PP>高密度聚乙烯(HDPE) >PVC>PET	0~5	1430~3410
新疆阿拉尔市	覆膜棉花田	碎片>纤维>颗粒		0~5	161.50±5.2 ^d 11.20±1.10 ^d
湖北武汉	菜地	纤维>微珠	PA>PP	0~5	320~12560
云南滇池流域	菜地	纤维碎片薄膜	/	0.05~10	7100~42960
内蒙古河套地区	灌区农田	纤维>碎片>薄膜>颗粒	/	0~5	678.00~2133.50
沈阳周边	农田	薄膜>碎片>纤维>颗粒	PE>PP>PS	0~5	217.30~2512.18 ^e
大辽河流域	居民区、农田	薄膜>碎片>泡沫	PE>PP>PS>PA	0~5	273.33±327.65
上海郊区	菜地	纤维>碎片>薄膜	PP>PE	0.02~5	78.00 ± 12.9、62.50 ± 12.97
广东贵屿	电子垃圾拆解区	颗粒>碎片>薄膜>纤维>圆球>圆柱	PS>PP>聚乙烯醇(PVAL)	0~5	9450±9520
北京市区	塑料防尘网覆盖区	纤维>颗粒>碎片>薄膜	PE	0~2	272~13752
北京郊区	遗弃温室、常规温室、简易温室	碎片	PP>PE	0~5	2215.56 ± 1549.86 891.11 ± 316.71 632.50 ± 566.93
青藏高原	温室	纤维>碎片>薄膜	PC>PE>PP>PS		5~340

注： a, 覆膜时间 5 年； b, 覆膜时间 10 年； c, 覆膜时间 24 年； d, 单位为个/100 g； e, 单位为 $\mu\text{g/g}$ 。

（二）国内外相关标准规范

1. 国外相关标准规范

（1）联合国

联合国环境署 UNEP 发布了《海洋塑料垃圾监测评估指南》（《Guidelines for the monitoring and assessment of plastic litter in the ocean》），但主要是为各国建立自己的塑料监测体系标准提供指南、建议和依据，没有实际技术内容。

2018 年，联合国教科文组织政府间海洋学委员会西太平洋分委会（IOC/WESTPAC）发布了《海滩沉积物微塑料样品采集和分析指南》（《Guidelines for Sampling and Analysis of Microplastics in Beach Sediment》），该指南对海滩微塑料样品的现场采集、前处理和鉴定程序进行了规范，仔细比较了人类活动密集的城市化区域或人口稠密区（如港口、河口）、受人类活动中度影响的区域（如小渔村或小规模的水产养殖区）；人类活动受限的区域（如偏远的岛屿或保护区）的三种类型海滩的微塑料的样品丰度与分布，规范了不同类型的海滩微塑料样品的监测海滩岸线长度（根据后滨线、高潮线、浸水边际线等进行调整）、采集深度、采样量及后期微塑料样品初步挑拣观测和傅立叶变换显微红外光谱仪或拉曼光谱仪红外光谱分析。

（2）欧盟

欧盟在 2013 年欧盟发布《欧洲海域海洋垃圾监测指南》（《Guidance on Monitoring of Marine Litter in European Seas》），其中包括微塑料监测方法。该指南适用于海水、海滩（潮间带）和海底沉积物的监测，提供了从采样、取样量、尺寸区间、浮选剂的选择、滤膜孔径、检测仪器到结果判定的全面建议。

指南建议的检测尺寸是 0.02 mm~5 mm，对于粒度在 0.1 mm~5mm 范围内的颗粒，建议在每个粒度级别中检测一定比例（例如 10%）的样品，对粒度在 0.1 mm~5mm 范围内的所有颗粒进行进一步分析以确认其成分；关于潮间带沉积物则建议收集单独的样品来监测两种尺寸的碎片（1 mm~5 mm 和 20 μm~1 mm）。在取样量方面，对于沉积物取样，指南建议要收集大约 250 ml 的沉积物样本，并使用 50 ml 的样本进行密度分离。在浮选剂选择方面，指南建议使用氯化钠溶液浮选，根据监测需求，对于密度较大的塑料，可选用多钨酸钠溶液、碘化钠溶液和氯化锌溶液进行浮选。但需要注意的是，使用上述任何一种方法，提取效果都是不完整的。

浮选处理后，通过 10 μm 的玻璃纤维滤纸进行过滤，并使用 FTIR 或拉曼光谱进行检测。比对谱图，如果匹配度 $\geq 70\%$ ，则认为可接受的有效数据；如果匹配度在 60%~70% 之间，则需要根据谱图的出峰情况进行逐一核查和判断；如果匹配度 $< 60\%$ ，则被认为是无效数据。该指南的这些建议和指导不仅为欧洲海域的海洋垃圾监测提供了重要的参考依据，还有助于确保监测结果的准确性和可靠性。

(3) 美国

美国国家海洋和大气管理局（National Oceanic and Atmospheric Administration, NOAA）在 2015 年发布《海洋微塑料实验室分析方法：水和沉积物中聚合物定量建议》（《Laboratory Methods for the Analysis of Microplastics in the Marine Environment: Recommendations for quantifying synthetic particles in waters and sediments》）。这份报告规范了微塑料在海洋环境中的实验室分析方法，为定量测定水和沉积物中的合成颗粒提供了建议。详细规定了如何分离提取和测定表层海水、海滩和海底沉积物中的微塑料，它涵盖了多种常见的塑料类型，包括聚乙烯、聚丙烯、聚氯乙烯和聚苯乙烯，并对塑料形态进行了分类，包括硬塑料、软塑料（如泡沫）、薄膜、线、纤维和片状。对微塑料的检测尺寸下限规定为 0.3 mm，但未对具体的尺寸范围进行规定。在取样量方面，对于海水样品，建议进行全样分析；而对于沉积物样品，建议称取 400 g 进行分析。在浮选剂的选择方面，海水选择了氯化钠溶液作为浮选剂，而沉积物则建议选择氯化钠或锂亚钨酸盐溶液。经过浮选处理后，使用 0.3 mm 的玻璃纤维滤纸进行过滤，并使用 FTIR 进行检测。建议根据研究目标选择合适的表征单位，这为研究人员提供了重要的参考和指导。这份报告对于微塑料的研究和监测具有重要意义，它提供了规范化的实验室分析方法，有助于提高研究的准确性和可比性，为保护海洋环境和生态系统提供了重要的支持和指导。

(4) 日本

日本环境省于 2019 年发布了《统一化海面漂浮微塑料监测技术指南》（《Guidelines for harmonizing ocean surface microplastic monitoring methods》）的指南。这份重要的文件对比了 0.3 mm 和 0.1 mm 孔径网衣在收集不同尺寸微塑料方面的差异，为全球监测数据的可比性提供了建议：首先对比了两种不同孔径的网衣在收集微塑料方面的表现。对于尺寸大于 1 mm 的颗粒数量，使用 0.3 mm 和 0.1 mm 孔径网衣并没有显示出显着的差异。然而，对于尺寸小于 1 mm 的颗粒，情况则大为不同。使用 0.1 mm 网孔的网收集的颗粒数

量是使用 0.35 mm 网孔的网的四倍。从全球监测数据的可比性角度出发，该指南建议使用 0.3 mm 孔径网衣。这种选择是基于各种尺寸微塑料的分布情况，以及其在全球范围内的适用性和一致性。指南中详细提出了表征单位，建议使用每单位面积的颗粒数或重量，或每单位水体积的颗粒数量，以有效描述微塑料在海洋中的分布情况。此外，指南还讨论了如何计算过滤的海水体积。这可以通过流量计数值、GPS 起始与终止坐标、计算相对船速与拖网时间等方法得到。其中，使用流量计计算被认为是最准确的方法，因此该指南建议同时记录流量计数据、相对行驶速度、拖网距离和拖网时间。最后，指南建议开展至少一次现场空白实验，以验证实验方法和设备的准确性。如果多次拖网采样，则应定期开展现场空白实验，以确保实验的可靠性。

表 3-1 国外微塑料监测标准

机构	适用范围	标准名称	检测方法		尺寸范围
			前处理方法	测试方法	
联合国环境署	海水	海洋塑料监测评价指南 Guidelines for the monitoring and assessment of plastic litter in the ocean	综述性内容，无指向性	综述性内容，无指向性	综述性内容，无指向性
联合国教科文组织政府间海洋学委员会西太平洋分委会	海滩沉积物	海滩沉积物微塑料采样和分析指南 Guidelines for Sampling and Analysis of Microplastics in Beach Sediment	浮选剂: 偏钨酸锂溶液 (LMT) 消解剂: 过氧化氢+二价铁溶液 (芬顿试剂)	显微镜和傅立叶变换显微红外光谱仪	尺寸<5mm, 建议分别采集<1 mm 和>1 mm 的颗粒
欧盟	海水、海滩样品、海底沉积物、生物	欧洲海域海洋垃圾监测指南 Guidance on monitoring of marine litter in European seas	浮选剂: 建议使用氯化钠提取, 密度大塑料的可选用多钨酸钠溶液、碘化钠溶液和氯化锌。 消解剂: 过氧化氢+二价铁溶液 (芬顿试剂)	显微镜、傅立叶变换显微红外光谱仪或拉曼光谱	建议量化尺寸范围为 20 μm~5 mm 的微塑料。建议对 20 μm~100 μm 范围的所有颗粒进行进一步分析以确认其成分; 对于粒度在 0.1 mm~5 mm 范围内的颗粒, 建议在每个粒度级别中检测一定比例 (例如 10%) 的样品, 每年或每次取样最多 50 个项目。 潮间带沉积物取样: 建议收集单独的样品来监测两种尺寸的碎片 (1 mm~5 mm 和 20 μm~1 mm)
美国国家海洋和大气管理局	海水、海滩样品、海底沉积物	海洋微塑料实验室分析方法: 水和沉积物中聚合物定量建议 Laboratory Methods for the Analysis of Microplastics in the Marine Environment: Recommendations for quantifying synthetic particles in waters and sediments	浮选剂: 海水-氯化钠; 海滩沉积物-氯化钠或锂亚钨酸盐溶液; 河床沉积物-氯化钠或锂亚钨酸盐溶液 消解剂: 过氧化氢+二价铁溶液 (芬顿试剂)	显微镜和傅立叶变换显微红外光谱仪	范围为 0.3 mm~5 mm 的微塑料。
日本环境省	海水	统一化海面漂浮微塑料监测技术指南 Guidelines for harmonizing ocean surface microplastic monitoring method	浮选剂: 氯化钠、聚钨酸钠、碘化钠、氯化锌 消解剂: 过氧化氢+二价铁溶液 (芬顿试剂)	显微镜、傅立叶变换显微红外光谱仪或拉曼光谱	范围为 0.3 mm~5 mm 的微塑料, 建议分别报告<1 mm 和>1 mm 颗粒的结果

2. 国内相关标准规范

我国微塑料监测检测技术标准起步较国际上明显偏晚，我国的微塑料标准优先起步于海水中微塑料的测定，然后逐步向地表水、土壤、沉积物方向拓展，2023-2024 年出现一波团体标准井喷现象，但国家标准、行业标准和地方标准明显偏少。目前，我国建立制定标准如下：

(1) 国家标准

化妆品中微塑料球的测定(GB/T 40146-2021)

(2) 行业标准

农用地膜源微塑料颗粒的测定（GH/T 1378-2022）（行标，中华全国供销合作总社）

(3) 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)

海滨滩涂微塑料监测技术规范(DB37/T 4684-2023)（山东）

海水增殖殖区环境微塑料监测技术规范(DB37/T 4323-2021)

(4) 团体标准

纺织品 来源于纺织品的微塑料 第 1 部分：纺织品经水洗后微塑料质量的测定 (20230164-T-608)

纺织品 来源于纺织品的微塑料 第 3 部分：纺织品经家庭洗涤后收集微塑料的质量的测定(20230164-T-608)

景观环境用水中微塑料的测定 傅里叶变换显微红外光谱法(T/CSTM 00563-2022)

污水中微塑料的测试 显微拉曼光谱法(T/CSUS 32-2021)

城市河道中微塑料的测定 傅里叶变换显微红外光谱法(T/LNEMA 002-2023)

海水和沉积物中微塑料测定(T/FJEMIA9-2023)

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

地下水中微塑料的测试 傅里叶变换显微红外光谱法(T/CSTM 00886-2024)

土壤中微塑料的测试 傅里叶变换显微红外光谱法(T/CSTM 00885-2024)

海产品中微塑料的测试 傅里叶变换显微红外光谱法(T/CSTM 00887-2024)

饮用水中微塑料的测定 傅里叶变换显微红外光谱法(T/CSTM 00911-2024)

八、实施推广件建议

本标准由江苏省生态环境厅提出、归口并组织实施。江苏省在微塑料等新污染监测和防治方面一致走在全国前列。2021年，省生态环境厅印发《关于12个环境热点问题前瞻性监测研究实施计划的通知》和《土壤微塑料前瞻性监测研究工作方案》，要求在南京市、徐州市及宿迁市选取典型地块开展建筑工地防尘网、农田覆膜生产、废塑料加工残留物对土壤环境微塑料的影响。2022年和2023年分别对全省生态环境监测机构组织开展了土壤和地表水微塑料监测技术培训。

我省市、县三级环境监测机构十分完善，省环境监测中心配备了体式显微镜、冻干机、便携式傅里叶变换红外光谱仪、傅里叶变换红外显微成像光谱仪、激光显微成像红外光谱仪等土壤微塑料专用仪器设备，市值400余万元。由于仪器设备投入较大，目前的分工定位是省环境监测中心配合省生态环境厅制定全省微塑料的监测方案、市县级监测站负责属地土壤样品采集、制备，全省集中到省环境监测中心进行检测。

九、起草单位及起草人员分工

2024年8月,根据《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）文件通知，江苏省环境监测中心牵头承担《土壤微塑料监测技术规范》地方标准的制定工作，联合起草单位为江苏省环境科学研究院和南京大学，共计3家单位。

序号	姓名	单位	职务/职称	分工
1	唐梦涵	江苏省环境监测中心	高工	项目负责人
2	袁广旺	江苏省环境监测中心	土壤部部长/ 高工	项目技术负责、土壤样品制备、浮选、消解、干燥、浓缩
3	吴仲夏	江苏省环境监测中心	工程师	土壤样品制备、浮选、消解、干燥、浓缩
4	吕赢	江苏省环境监测中心	工程师	试剂配置、微塑料仪器检测（红外）

5	董冰洁	江苏省环境监测中心	工程师	试剂配置、微塑料仪器检测（红外）
6	王水	江苏省环境科学研究院	研究员	协作单位负责人
7	朱冰清	江苏省环境科学研究院	研究员	国内外文献检索
8	顾雪元	南京大学	教授	协作单位负责人
9	杨丽莉	江苏省环境监测中心	副主任/正高	项目质量指导
10	黄开友	南京大学	博士	土壤样品制备、预消解、浮选、微塑料仪器检测（拉曼）、加标回收验证
11	矫丽萍	厦门市环境监测站	研究员	微塑料仪器检测（红外）、加标回收验证
12	李 娣	江苏省环境监测中心	正 高	会务
13	刘倩倩	江苏省环境监测中心	工程师	土壤样品制备、浮选
14	汪静娴	江苏省环境监测中心	助理工程师	会务

附件 1

第一次技术交流会专家反馈意见及修改情况

标准名称	《土壤微塑料监测技术规范》（征求意见稿）		
编制单位	江苏省环境监测中心		
反馈意见单位和代表	单位：南京大学 代表： 顾雪元 联系方式： 13851703161		
修改章节/页码	意见	意见回复	落实情况
标题	建议修改为“土壤中大塑料和微塑料的采样和检测技术规范 Technical specification for sampling and detecting plastic debris and microplastics in soil”	未采纳	标准中增加大塑料的检测内容，但不修改标准名称。 6.2 样品研磨 在陶瓷或玛瑙研钵中将土壤样品压碎至1 mm左右，然后使用5 mm金属筛筛分，过筛后的土壤样品装于用2L棕色广口玻璃瓶中。每个土壤样品过筛后，均需收集截留在金属筛上的大塑料样品，用玻璃培养皿编号保存、待测。 7.9.1 傅里叶变换红外光谱仪 逐一将6.2的大塑料（>5 mm）和7.8.1的微塑料（500 μm~5 mm），置于体视显微镜下观察，将未消解掉的植物纤维剔除，将可能是微塑料的固体物质从滤膜上取下，使用傅里叶变换红外光谱仪鉴定成分。记录微塑料成分、形态、颜色和尺寸。 丰度计算 按下式计算土壤大塑料和微塑料的丰度： $\sum A_i = \frac{N_i}{M \times W_{dm}} \times 1000$ ： i —— 塑料颗粒粒径范围，包括>5 mm、500 μm~5 mm、20 μm~500 μm和5 μm~20 μm。
整体意见 1	本规范中可以进一步考虑土壤中大塑料的检测，对于了解土壤塑料污染情况具有现实意义	采纳	同上

整体意见 2	目前版本中的监测技术包含了调查、布点、采样、前处理、分离、分析等多项内容，对于单个规范而言，涉及内容偏多，且容易与其它规范之间存在冲突，建议本规范剥离“调查、布点”相关内容，这部分可以依据场地土壤或农田土壤相关调查规范开展。本规范可更聚焦于土壤环境中MP的采样与分析检测相关内容。	采纳	<p>直接引用相关调查规范开展布点、采样。本“监测规范”仅推荐仪器分析方法，不做详细的仪器分析方法介绍。</p> <p>4.1 监测点位</p> <p>依据HJ/T 166、NY/T 395和HJ 25.1相关要求开展资料收集、现场踏勘等工作，科学布设土壤监测点位和采样深度。</p> <p>4.2 监测频次</p> <p>土壤背景和农用地中微塑料每5年开展一次；建设用地在项目实工前、施工中和施工后各监测1次；土壤污染事故按管理需求开展。</p>
整体意见 3	目前规范中的工作程序（附件1）存在较大问题，建议修改为：采样 → 干燥破碎 → 大塑料检测 → 预消解（PMS+H ₂ O ₂ ） → 多次浮选 → 过滤 → 二次消解（H ₂ O ₂ ） → 过滤 → 分级检测	采纳	已删除该章节
整体意见 4	增加质量控制相关内容，如包括试剂空白。	采纳	<p>增加 9 质控章节，包括空白，加标回收率等内容。</p> <p>9 质量控制和质量保证 8</p> <p>9.1 土壤样品采集与制备 8</p> <p>9.2 实验室空白样品 8</p> <p>9.3 实验室平行样品 8</p> <p>9.4 样品加标回收测定 8</p> <p>9.5 定性分析 9</p>

前期相关标准收集不够全面	一、微塑料检测标准研究现状与 ◆ 国内微塑料相关标准		采纳	在章节 2 中增加国内外相关标准和政策性文件。
	序号	标准/计划号		
	1	GB/T 40146-2021		
	2	20231614-T-608 纺织品来源		
	3	20231624-T-608 纺织品来源于纺织		
	4	GH/T 1378-2022 (行标, 中华全国供销合作总社)		
	5	DB37/T 4684—2023 (山东)		
	6	DB37/T 4323—2021		
	7	DB21/T 2751-2017		
	8	T/CSTM 00563—2022 景观		
	9	T/CSUS 32—2021		
	10	T/LNEMA 002—2023 城		
	11	T/FJEMIA 9—2023		
	12	T/CSTM 00884—2024		
	13	T/CSTM 00886—2024		
	14	T/CSTM 00885—2024		
	15	T/CSTM 00887—2024		
16	T/CSTM 00911—2024			

一、微塑料检测标准研究现状与挑			
◆ 国外微塑料相关标准			
序号	标准号		
1	ISO 24187:2023	(Principles for	
2	ISO/DIS 5667-27	水质 (Water quality — Sampli	
3	ISO 16094-1:2023	水质 (Water quality — A	
4	ISO/DIS 16094-2	水质 (Water quality — Analysis	
5	ISO/DIS 16094-3	水质 水中塑料的分 (Water quality — Analysis of	
6	ISO/DIS 5667-3	(Water quality — S	
7	ISO 4484-1:2023	纺织原料和纺织制品-来 (Textiles and textile products — Micropl	
8	ISO 4484-2:2023	纺织原料和纺织制品-来源于纺织品 Microplastics from textile s	
9	ISO 4484-3:2023	纺织原料和纺织制品-来源于纺织品的 (Textiles and textile products — Micropl from t	
3.1 土壤微塑料的定义	修改定义为：土壤环境中尺寸大于5 μm ，小于等于5mm的塑料制品、碎屑及残留物。定义中应包含尺寸的下边界，5 μm 是根据目前的检测限提出的。原文中塑料废弃物的界定不够全面，改为塑料制品、碎屑及残留物以体现原生与次生老化物。	采纳	1 范围 本文件规定了土壤环境中微塑料监测的布点采样、样品制备、样品检测、结果表示、质量控制和质量保证。 本文件适用于土壤背景、农用地、建设用地、土壤污染事故等类型中微塑料监测工作。 本标准适用于土壤中粒径范围为5 μm ~5 mm 微塑料的测定。
3.5 芬顿反应	加入的铁盐容易沉淀，干扰后继步骤，不推荐。改为PMS(过一硫酸盐)+H ₂ O ₂	采纳	已修改

			<p>7.1.1 双氧水：含量 30%。</p> <p>7.1.2 无水乙醇：色谱纯。</p> <p>7.1.3 氯化钠溶液（$\rho=1.2 \text{ kg/L}$）：室温条件下（20~30℃），每 1 L 纯水中少量多次逐步加入加入分析纯氯化钠 370 g，充分搅拌溶解，此时氯化钠密度约 1.20 g/ml。</p> <p>7.1.4 碘化钠溶液（$\rho=1.8 \text{ kg/L}$）：室温条件下（20~30℃），每 1 L 纯水中少量多次逐步加入分析纯碘化钠 1800 g，充分搅拌溶解，此时碘化钠密度约 1.80 g/ml。</p> <p>7.1.5 过一硫酸盐：称取 50 g 过硫酸钾（$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$）溶于 1L 纯水中，在 60° C 放置 12 小时，备用。</p>
4. 方法原理	原文不够准确，可修改为：在手动分离较大尺寸塑料基础上，采用预消解去除土壤中天然有机质，通过密度浮选法分离出土壤中微塑料，进一步消解去除表面附着天然有机质后使用红外或拉曼光谱进行定性定量检测。	采纳	4 方法原理已删除。
5.1.2 “建筑用地”	“建设用地”	采纳	已修改
6 社会调查	删除此部分内容，推荐这部分工作可以参考 HJ 25 相关导则内容	采纳	<p>已删除，直接引用相关标准了</p> <p>4.1 监测点位</p> <p>依据HJ/T 166、NY/T 395和HJ 25.1相关要求开展资料收集、现场踏勘等工作，科学布设土壤监测点位和采样深度。</p> <p>4.2 监测频次</p> <p>土壤背景和农用地中微塑料每5年开展一次；建设用地在项目实工前、施工中和施工后各监测1次；土壤污染事故按管理需求开展。</p>
7. 监测点位布设	删除此部分内容，推荐这部分工作可以参考 HJ 25 相关导则内容	采纳	同上
8.2 土壤样品采集	土壤采集质量与面积不对应，0.1m ² 和深度 10cm 的土壤质量约 1.5kg，无法满足四分法后取 2kg 的要求；对 50cm 和 100cm 深度的要求依据不足，深度满足 HJ 25 相关要求即可，这	采纳	同上

	里可以不用具体规定		
9.2 氯化锌溶液	污染较大，环境不友好，建议不使用	采纳	已删除
9.1.7 微塑料标准品	本文未引用，不建议在规范中提出自制	采纳	增加购买有证标准物质。但不删除自制，因为标准品品类不全。
9.2.2 激光红外显微成像系统	改为显微红外	采纳	技术规范中所有激光红外显微成像系统均已改为显微红外。
9.2.11 玻璃抽滤器	表述不够具体	采纳	已明确具体规格 7.2.8 玻璃抽滤套装：直径 50 mm 的玻璃砂芯滤头，配 1L 玻璃抽滤瓶。
9.2.12 金属滤膜	不锈钢金属滤膜	采纳	技术规范中所有金属滤膜均已改为不锈钢滤膜。
9.4.1 目的	删除“如果实验同步....工作”，与本规范无关，删除。	采纳	已删除。
9.4.2 操作	补充消解完成度的判断依据说明以及，如“待土壤消解变为灰白色，可进入浮选阶段。如体系中残留水份过多（>50ml），可低温（<40°C）烘干去除多余水分。”	采纳	已补充。 7.4 预消解 称取20.00 g样品放入浮选杯（7.2.3），加入50 ml双氧水（7.1.1）和50 ml过一硫酸盐（7.1.4），充分搅拌，使用铝箔封口静止消解，期间每隔2个小时搅拌混匀1次，待土壤消解变为灰白色，可进入浮选阶段。
9.5.1	浮选容器可选用锥形瓶或高型烧杯，可以选择超声分散	采纳	浮选杯：500 ml 的高型的玻璃烧杯或不锈钢杯（带盖）
9.5.2	不能离心分离，应静置分离	采纳	已删除离心分离，改为静止分离。
9.6.1	建议修改芬顿法为双氧水氧化法	采纳	方法中所有芬顿法均已修改为双氧水氧化法。 7.6 微塑料样品消解 向消解瓶中加入 20ml 双氧水（7.1.1）和 10ml 过一硫酸盐（7.1.4），用长柄镊子搅动使滤膜表面的附着物脱附，然后将滤膜缓慢拿出，并用双氧水冲洗镊子和滤膜正反面。盖上盖子，室温消解至消解液中没有明显的有机碎屑、残渣或胶体，否则需补加 10ml 双氧水继续消解。

9.7 二次浮选	删除此节，不合理。浮选的损失较大，应避免重复浮选。 保留过滤步骤	采纳	已删除。
9.7.3	不建议分级抽滤，可能造成较大损失	未采纳	
9.9 样品检测	改为“样品分级检测”，具体检测方法应根据尺寸划分： >500um: 体视镜+FTIR 50um~500um: 显微红外（不建议直接建议为激光红外，否则有单一供应商的嫌疑） 5um~50um: 显微红外+显微拉曼 可以增加对检测质量的要求。	部分采纳	已经按照不同设备的检测尺寸范围进行分级。 7.9.1 傅里叶变换红外光谱仪 逐一将6.2的大塑料（>5 mm）和7.8.1的微塑料（500 μm~5 mm），置于体视显微镜下观察，将未消解掉的植物纤维剔除，将可能是微塑料的固体物质从滤膜上取下，使用傅里叶变换红外光谱仪鉴定成分。记录微塑料成分、形态、颜色和尺寸。 7.9.2 红外显微成像系统 逐一将7.8.2的微塑料（20 μm~500 μm）和7.8.3的微塑料（5 μm~20 μm）悬浊液样品进行制片，并使用红外显微成像系统进行检测。记录微塑料成分、形态、颜色和尺寸。 制片：先将微塑料悬浊液充分摇匀，再使用微量滴管每次吸取约20 μL悬浊液滴至载玻片上，可在载玻片多个位置处滴加至悬浊液全部转移。使用体视显微镜观察载玻片，以不出现微塑料颗粒堆叠为宜，一个样品可使用多张载玻片。用清洁的玻璃烧杯将载玻片罩住以减少环境污染，静置待乙醇挥发完全后待测。
10. 结果	密度改为“浓度”。 浓度单位以“个/kg 土”较为合适，因为一般红外方法获得数据都是数量上的，转为质量浓度必须相应提供转换的经验公式，因塑料类型差别大而难以开展。而纳塑料由于检测方法的原因，浓度单位常用 mg/kg 的质量浓度。本规范为微塑料，因此用数量浓度更合适。 添加以下说明文字： 最终结果必须包含塑料对应的尺寸范围，其他推荐可以从塑料类型、形态、颜色等其他方面进行统计汇总。	采纳	8.1 丰度计算 按下式计算土壤大塑料和微塑料的丰度： $\sum A_i = \frac{N_i}{M \times W_{dm}} \times 1000$ 式中： i ——塑料颗粒粒径范围，包括>5 mm、500 μm~5 mm、20 μm~500 μm和5 μm~20 μm。 A_i ——大塑料或微塑料丰度，单位为个/kg； N_i ——大塑料或微塑料总数，单位为个； M ——浮选土壤样品重量，单位为g； W_{dm} ——土壤干物质含量，单位为%； 微塑料丰度结果宜保留小数点后两位。 8.2 结果统计 分别统计不同形态、颜色、成分及不同尺寸范围的微塑料数量、丰度，计算其占微塑料总量的比例，记录于附录。

标准名称	《土壤微塑料监测技术规范》（征求意见稿）		
编制单位	江苏省环境监测中心		
反馈意见单位和代表	单位：江苏省环境科学研究院 代表：朱冰清 联系方式：13951982230		
修改章节/页码	意见	意见回复	落实情况
8.3.1	建议增加对冷冻干燥和风干法的适用性说明。例如，冷冻干燥法适用于有机质含量较高的土壤，而风干法适用于有机质含量较低的土壤。	未采纳	微塑料监测，不区分有机质含量，从减少土壤中微塑料破碎风险的角度，应采用冷冻干燥法进行制备，但考虑部分检测机构配有配置冷冻干燥机，所以保留了风干法。
9.1.1 和 9.1.2	建议增加对不同浮选溶液（如氯化钠、氯化锌、碘化钠）的适用性说明。例如，氯化钠溶液适用于密度较低微塑料，而碘化钠溶液适用于密度较高的微塑料。	采纳	已统一浮选液为碘化钠。
10	建议改成微塑料的丰度。	采纳	方法中已将所有密度改为丰度。 8.1 丰度计算 按下式计算土壤大塑料和微塑料的丰度： $\sum A_i = \frac{N_i}{M \times W_{dm}} \times 1000$ 式中： i ——塑料颗粒粒径范围，包括 >5 mm、500 μm~5 mm、20 μm~500 μm 和 5 μm~20 μm。

9.4.2 和 9.6.1	建议增加对实验操作的安全注意事项。例如，双氧水和硫酸亚铁的使用应避免高温和强光，操作时应佩戴防护装备。	采纳	已增加使用安全注意。 10 注意事项 10.1 双氧水具有强氧化性，使用时应注意安全，小心操作、防止溅落至皮肤和衣物上。 10.2 土壤样品研磨制备时不能使用粉碎机和球磨机，以免造成微塑料样品大量破碎。 10.3 实验过程尽量关闭实验室门窗，减少实验室内的空气流动，同时整个实验过程中尽量避免穿戴含有纤维成分的衣物和手套。
额外	建议在整个监测流程中增加质量控制和质量保证（QA/QC）的具体要求。例如，样品的重复分析、空白样品的设置、仪器校准等。	采纳	增加质量控制和质量保证，包括空白，加标回收率等内容。 9 质量控制和质量保证 8 9.1 土壤样品采集与制备 8 9.2 实验室空白样品 8 9.3 实验室平行样品 8 9.4 样品加标回收测定 8 9.5 定性分析 9
标准名称	《土壤微塑料监测技术规范》（征求意见稿）		
编制单位	江苏省环境监测中心		
反馈意见单位和代表	单位：山东省海洋环境监测中心 代表：赵玉庭 联系方式：15098572075		
修改章节/页码	意见	意见回复	落实情况
2 规范性引用文件	规范性引用文件中标准文号后面不需要注明日期	采纳	已删除日期。 HJ 25.1 建设用地土壤污染状况调查技术导则 HJ 25.2 建设用地土壤污染风险管控和修复监测技术导则 HJ/T 166 土壤环境监测技术规范 NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范 HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

2 规范性引用文件	规范性引用文件中引用标准均应在标准文本中引用使用，请核实，引用的规范标准需在文本中表述体现，如不体现的应删除	采纳	引用文件已调整。 HJ 25.1 建设用地土壤污染状况调查技术导则 HJ 25.2 建设用地土壤污染风险管控和修复监测技术导则 HJ/T 166 土壤环境监测技术规范 NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范 HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法
3.4 密度浮选	术语与定义中 3.4 从内容看应该定义为“微塑料密度浮选”可能比较合适	采纳	已修改为微塑料密度浮选。 3.3 微塑料密度浮选 Density flotation 利用微塑料与土壤之间的密度差异，使用饱和碘化钠溶液，在机械搅拌条件下使微塑料浮于溶液表面、土壤沉在溶液底部，再使用不锈钢滤膜对上层溶液进行过滤，从而使土壤中的微塑料颗粒被分离富集。
3.4、3.5	术语与定义 3.4 和 3.5 内容过于繁琐，术语与定义应精炼，不需要详细说明具体操作步骤或者过程	采纳	只保留了密度浮选 3.3 微塑料密度浮选 Density flotation 利用微塑料与土壤之间的密度差异，使用饱和碘化钠溶液，在机械搅拌条件下使微塑料浮于溶液表面、土壤沉在溶液底部，再使用不锈钢滤膜对上层溶液进行过滤，从而使土壤中的微塑料颗粒被分离富集。
6.3	6.3 标准文中提到了人员访谈表的内容，应在附录中给出人员访谈表的内容和格式	未采纳	已删除相关章节
6.5	标准文中提到了土壤微塑料社会调查表（附件 1）和土壤微塑料社会调查报告编制大纲（附件 2），但在标准文本和编制说明未见此方面内容，建议在附录中给出	未采纳	已删除相关章节

7	可在第7部分增加监测时间与监测周期/频次等的要求	采纳	<p>4 监测采样</p> <p>4.1 监测点位</p> <p>依据HJ/T 166、NY/T 395和HJ 25.1相关要求开展资料收集、现场踏勘等工作，科学布设土壤监测点位和采样深度。</p> <p>4.2 监测频次</p> <p>土壤背景和农用地中微塑料每5年开展一次；建设用地在项目实工前、施工中和施工后各监测1次；土壤污染事故按管理需求开展。</p>
8.1.5	采样袋使用棉布材质。在微塑料样品实验室分析和检测中，纤维状微塑料所占微塑料比例较高，而棉纤维会大量混入微塑料样品中，也无法消解去除，只能通过红外光谱仪对比剔除。如使用棉质采样袋，会大量增加工作量和数据误差，建议使用广口玻璃样品瓶收集土壤样品	采纳	<p>5 土壤样品保存与流转</p> <p>土壤样品使用2L棕色广口玻璃瓶保存。在采样现场样品必须逐件与样品登记表、样品标签和采样记录进行核对，核对无误后分类装箱。运输过程中严防样品的损失、混淆和沾污。由专人将土壤样品送到实验室，送样者和接样者双方同时清点核实样品，并在样品交接单上签字确认，样品交接单由双方各存一份备查。</p>
9.1.1	“制的氯化钠饱和溶液”应为“制备氯化钠饱和溶液”	采纳	<p>7.1.3 氯化钠溶液（$\rho=1.2\text{ kg/L}$）：室温条件下（$20\sim 30^{\circ}\text{C}$），每1L纯水中少量多次逐步加入加入分析纯氯化钠370g，充分搅拌溶解，此时氯化钠密度约1.20g/ml。</p> <p>7.1.4 碘化钠溶液（$\rho=1.8\text{ kg/L}$）：室温条件下（$20\sim 30^{\circ}\text{C}$），每1L纯水中少量多次逐步加入分析纯碘化钠1800g，充分搅拌溶解，此时碘化钠密度约1.80g/ml。</p>
9.3	“取约10g样品按照HJ 613测定土壤样品干物质含量”中的HJ613并未在2规范性引用文件中体现	采纳	<p>HJ 25.1 建设用地土壤污染状况调查技术导则</p> <p>HJ 25.2 建设用地土壤污染风险管控和修复监测技术导则</p> <p>HJ/T 166 土壤环境监测技术规范</p> <p>NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范</p> <p>HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法</p>

8、9	因微塑料易受空气微塑料沉降、实验仪器和器具微塑料污染、塑料制转移工具污染等方面的影响造成误差，建议增加样品采集和实验室分析环节中质量控制方面的要求	采纳	9 质量控制和质量保证 8 9.1 土壤样品采集与制备 8 9.2 实验室空白样品 8 9.3 实验室平行样品 8 9.4 样品加标回收测定 8 9.5 定性分析 9
9.7.4	“距管底 2~3 厘米”应为“距管底 2~3 cm”，全文还有多处单位不统一的问题，建议全文调整	采纳	已改正
附录	附录中应增加“土壤微塑料外业监测记录表”和“土壤微塑料实验分析记录表”的内容和格式要求	采纳	“土壤微塑料外业监测记录表”直接引用 HJ 166；增加了实验室相关记录表 附录 A（资料性）土壤微塑料颜色及形态 10 附录 B（资料性）土壤微塑料分析记录与结果统计记录 11
标准名称	《土壤微塑料监测技术规范》（征求意见稿）		
编制单位	江苏省环境监测中心		
反馈意见单位和代表	单位：生态环境部南京环境科学研究所 代表： 韦婧 联系方式：15275567665		
修改章节/页码	意见	意见回复	落实情况

1. 范围	农田和建设用地土壤微塑料监测方法应分开设立标准，两种用地类型微塑料种类和土壤性质差异巨大，相应前处理和检测方法应各侧重区别；且应农田微塑料监测方法先行建立。	未采纳	<p>已经直接相关国家标准，并做如下修改：</p> <p>4 监测采样 4</p> <p>4.1 监测点位 4</p> <p>4.2 监测频次 4</p> <p>4.3 土壤采样量 4</p> <p>4.4 采样器具 4</p>
2 规范性引用文件	应在文中具体标注出具体操作引用哪一项规范性引用文件。	采纳	<p>整体内容已做调整</p> <p>4.1 监测点位</p> <p>依据HJ/T 166、NY/T 395和HJ 25.1相关要求开展资料收集、现场踏勘等工作，科学布设土壤监测点位和采样深度。</p> <p>7.3 干物质含量测定</p> <p>将样品充分混合均匀，取约10 g~15 g样品，按照HJ 613测定土壤样品干物质含量。</p>
9.9 样品检测	监测方法应有操作细节，给基层工作人员可实操指示。如利用红外光谱进行微塑料识别，如何同谱库比对，相似率达到百分之多少可以确认塑料类型，若达不到怎么判定？	部分采纳	<p>本文件是监测规范，不是分析方法标准，仪器操作不做详细规定，可以参考相关仪器检测方法标准。增加匹配度到 70%以上认定微塑料类型的判定标准。</p> <p>9.5 定性分析</p> <p>微塑料上机检测生成红外谱图后，需与仪器的标准谱库进行匹配分析，在剔除水、纤维素和二氧化硅等常见杂质峰干扰以后，与标准谱库匹配度$\geq 70\%$的，选择匹配度最高微塑料材质类型作为该颗粒的材质类型。</p>
9.9 样品检测	QA/QC 补充完善。如检测实验室空气沉降样品空白是否扣除。	采纳	增加质量控制和质量保证章节，包括空白，加标回收率等内容。

			9 质量控制和质量保证 8 9.1 土壤样品采集与制备 8 9.2 实验室空白样品 8 9.3 实验室平行样品 8 9.4 样品加标回收测定 8 9.5 定性分析 9
标准名称	《土壤微塑料监测技术规范》（征求意见稿）		
编制单位	江苏省环境监测中心		
反馈意见单位和代表	单位：江苏省南通环境监测中心 代表： 武攀峰 联系方式：19952565600		
修改章节/页码	意见	意见回复	落实情况
名称	标准中主要提出针对防尘网、地膜、塑料加工等污染场地地块的调查，及土壤中微塑料的监测技术。5.1.2 代表性原则、6 社会调查等均是依此进行。名称建议修改为“典型土壤微塑料监测技术规范”	未采纳	立项名称暂不修改，范围章节已修改为“土壤背景、农用地、建设用地、土壤污染事故等类型” 1 范围 本文件规定了土壤环境中微塑料监测的布点采样、样品制备、样品检测、结果表示、质量控制和质量保证。。 本文件适用于土壤背景、农用地、建设用地、土壤污染事故等类型中微塑料监测工作。 本标准适用于土壤中粒径范围为 5 μm~5 mm 微塑料的测定。
7.1 农用地点位布设	建议修改为典型农用地点位布设	未采纳	相关章节已直接引用国家标准。 4.1 监测点位 依据HJ/T 166、NY/T 395和HJ 25.1相关要求开展资料收集、现场踏勘等工作，科学布设土壤监测点位和采样深度。

7.1.2 点位数量	建议删除采样内容，“随机采集5份……”，这些内容可以放入8.2采样，或者7.1.4采样量中。	未采纳	同上
7.1.3 采样深度	建议中层和底层可以不做采样要求，根据监测或研究需要开展。	采纳	同上
规范术语	建议“环境保护主管部门”，改为“生态环境主管部门”，“建筑工地”、“农业种植用地”，密度的单位一般表示为千克每立方米（kg/m ³ ）或克每立方厘米（g/cm ³ ）	部分采纳	<p>密度已经统一改成丰度</p> <h3>8 结果计算与统计</h3> <h4>8.1 丰度计算</h4> <p>按下式计算土壤大塑料和微塑料的丰度：</p> $\sum A_i = \frac{N_i}{M \times W_{dm}} \times 1000$ <p>式中：</p> <ul style="list-style-type: none"> i ——塑料颗粒粒径范围，包括>5 mm、500 μm~5 mm、20 μm~500 μm和5 μm~20 μm。 A_i ——大塑料或微塑料丰度，单位为个/kg； N_i ——大塑料或微塑料总数，单位为个； M ——浮选土壤样品重量，单位为g； W_{dm} ——土壤干物质含量，单位为%； <p>微塑料丰度结果宜保留小数点后两位。</p>

9.1 试剂	建议饱和氯化钠浮选溶液、碘化钠、硫酸亚铁等试剂均需滤膜过滤后使用	采纳	已增加。 7.1 试剂和材料 本文件所使用的纯水、双氧水、无水乙醇、氯化钠溶液、碘化钠溶液、过一硫酸盐溶液，在使用前均需经0.45 μm玻璃纤维滤膜过滤后，盛于玻璃螺口瓶中备用，瓶盖使用铝箔垫片防止塑料污染。
9.2 仪器设备	建议补充氮吹扫相关仪器	采纳	已增加 7.2.6 氮吹仪：带水域加热功能，配套 100 ml~250 ml 定量浓缩管， 7.2.7 干燥盒：玻璃或金属材质，容积为 25 ml~100 ml。
9.3	干物质含量称取样品量可以适当增加，比如 20g。	采纳	按照 HJ 613，调整为 10-15g
9.5 和 9.7	浮选溶剂指的是哪一种？饱和氯化钠、碘化钠，还是氯化锌？选用依据是什么，建议补充一下	采纳	已修改，直接指明是氯化钠还是碘化钠
9.5.4	该步骤滤杯和滤膜冲洗水量无需定量。	采纳	已删除固定的水量体积和消解瓶体积。
9.6	建议硫酸亚铁溶液冲洗，改为双氧水冲洗	采纳	已修改
9.7	二次浮选是否必须有。多一次浮选，样品损失会增加不少	采纳	已删除
标准名称	《土壤微塑料监测技术规范》（征求意见稿）		

编制单位	江苏省环境监测中心		
反馈意见单位和代表	单位：青海省生态环境监测中心 代表：邓玉兰 联系方式：15330215802		
修改章节/页码	意见	意见回复	落实情况
1 范围 3.1 土壤微塑料	建议明确测定微塑料的尺寸范围和测定下限。	采纳	已在范围中增加。 1 范围 本文件规定了土壤环境中微塑料监测的布点采样、样品制备、样品检测、结果表示、质量控制和质量保证。 本文件适用于土壤背景、农用地、建设用地、土壤污染事故等类型中微塑料监测工作。 本标准适用于土壤中粒径范围为 5 μm ~5 mm 微塑料的测定。
8.3.1 样品干燥 9.4.2 操作 9.6 样品消解 9.8 样品干燥浓缩	建议样品干燥温度不超过 40℃。	采纳	涉及干燥温度均已修改。 ——风干法 将土壤湿样用铝箔包裹，铝箔表面扎若干小孔便于水分蒸发，然后将土壤样品平铺在搪瓷盘底部，置于样品风干架上，在小于40℃且避免阳光直射的条件下自然风干7~10天，样品干燥后剔除砾石和颗粒。 7.8 微塑料样品干燥与浓缩 7.8.1 将装有 500 μm 金属滤膜（7.7.1）的玻璃培养皿放置在真空干燥箱中，40℃真空干燥 2h，取出后放置在干燥器中待测。
10 结果分析	建议增加微塑料尺寸范围、类型等的统计，并以表格形式制作原始记录模板，形成附录加到文本中。	采纳	7.9 章节做了修改。 分。记录微塑料成分、形态、颜色和尺寸。 7.9.2 红外显微成像系统 逐一对7.8.2的微塑料（20 μm ~500 μm ）和7.8.3的微塑料（5 μm ~20 μm ）悬浊液样品进行制片，并使用红外显微成像系统进行检测测试。记录微塑料成分、形态、颜色和尺寸。
文本	建议补充质控措施，并对空白、平行及加标样品的制备过程详细描述。	采纳	增加 9 质控章节，包括空白，加标回收率等内容。

			9 质量控制和质量保证 8 9.1 土壤样品采集与制备 8 9.2 实验室空白样品 8 9.3 实验室平行样品 8 9.4 样品加标回收测定 8 9.5 定性分析 9
文本	建议对文本进行编辑性修改完善。	采纳	已完善。
标准名称	《土壤微塑料监测技术规范》（征求意见稿）		
编制单位	江苏省环境监测中心		
反馈意见单位和代表	单位：安捷伦科技（中国）有限公司 代表： 张晓丹 联系方式：18612160762		
修改章节/页码	意见	意见回复	落实情况
P5 - 9.1.6	无水乙醇级别，建议使用色谱纯。且需要对无水乙醇的洁净度做一下品控	采纳	增加乙醇级别说明，已在 9.1 注释里面增加试剂需过滤。
P5- 9.2.1	1. 建议将傅里叶红外变换分光光度计更正为：傅里叶变换红外光谱仪，这是目前红外的通用叫法； 2. 建议将配 ATR 检测器更正为衰减全反射（ATR）附件； 3. 钻石池附件一般与显微红外搭配使用，如果大尺寸塑料无需借助显微设备，则该附件不会使用。建议将其删除	未采纳	标准方法，不能指定仪器的品牌，所以只体现显微红外原理。

P5-9.2.2	建议将扫描检测范围 900-1800cm ⁻¹ 更正为 975-1800 cm ⁻¹ (LDIR 正确的波长范围)	部分采纳	已修改。 7.2.13 体视显微镜：放大倍数 20 倍~40 倍。 7.2.14 傅里叶变换红外光谱仪：检测范围 600 cm ⁻¹ ~5000 cm ⁻¹ ，配衰减全反射 (ATR) 附件。 7.2.15 红外显微成像系统：LDIR 检测范围 975cm ⁻¹ ~1800 cm ⁻¹ ； <u>Raman</u> 检测范围 cm ⁻¹ 400~4000 cm ⁻¹ 。
P6-9.6.1	在第一项注意事项下：超声时间 15min-30min，建议 10min-15min 即可，太长时间可能会对微塑料造成破坏	采纳	超声条件已经统一到注意事项中，并已修改至 3-5min。 10.6 本文件中，可以使用超声波震荡进行滤膜表面的附着物脱附，超声频率应调至最低，时间 3 min~5 min，水温低于 35 °C。
P6-9.7.1	注意事项中，关于超声时间，同 9.6.1 的意见反馈	采纳	同上
P7-9.8.2	注意事项中，关于超声时间，同 9.6.1 的意见反馈	采纳	同上
P7-9.9.1	其中提到使用傅里叶变换红外显微光谱仪鉴定成分，与 9.2.1 中提到的傅里叶红外光谱仪技术存在差异，需明确 300um 以上具体使用设备规格，建议将傅里叶变换红外显微光谱仪更正为傅里叶变换红外光谱仪	采纳	仪器名称已修改。尺寸尺寸也做了分级 7.2.13 体视显微镜：放大倍数 20 倍~40 倍。 7.2.14 傅里叶变换红外光谱仪：检测范围 600 cm ⁻¹ ~5000 cm ⁻¹ ，配衰减全反射 (ATR) 附件。 7.2.15 红外显微成像系统：LDIR 检测范围 975cm ⁻¹ ~1800 cm ⁻¹ ； <u>Raman</u> 检测范围 cm ⁻¹ 400~4000 cm ⁻¹ 。

			<p>7.7 分级过滤</p> <p>7.7.1 使用 500 μm 的金属滤膜，将消解液（7.6）全量过滤，并用洗瓶冲洗消解瓶，洗涤液合并过滤。然后使用无水乙醇分三次冲洗滤膜以去除水分，然后将 500 μm 金属滤膜放入培养皿中备用。</p> <p>7.7.2 使用 20 μm 的金属滤膜，将消解液（7.7.1）全量过滤，并用洗瓶冲洗消解瓶，洗涤液合并过滤。</p> <hr/> <p>然后使用无水乙醇分三次冲洗滤膜以去除水分，然后将 20 μm 金属滤膜放入定量浓缩管中备用。</p> <p>7.7.3 使用 5 μm 的金属滤膜，将消解液（7.7.2）全量过滤，并用洗瓶冲洗消解瓶，洗涤液合并过滤。然后使用无水乙醇分三次冲洗滤膜以去除水分，然后将 5 μm 金属滤膜放入定量浓缩管中备用。</p>
--	--	--	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

附件 2

第二次技术交流会专家反馈意见及修改情况

标准名称	《土壤微塑料监测技术规范》（征求意见稿）			
编制单位	江苏省环境监测中心			
反馈意见 单位和代 表	安立会	中国环境科学研究院	高峡	北京市科学技术研究院分析测试研究所
	韦婧	生态环境部南京环境科学研究所	武攀峰	江苏省南通环境监测中心
	涂晨	中国科学院南京土壤研究所	矫立萍	厦门市环境监测站
	何书海	海南省环境监测中心	陈讯	扬子江生态文明创新中心
修改章节 /页码	意见	意见 回复	落实情况	
1 范围	此标准的方法路线不适用质朴法，建议明确是光谱法	采纳	1 范围 本文件规定了土壤环境中微塑料监测采样、土壤样品保存与流转、土壤样品制备、土壤中微塑料样品制备、微塑料样品光谱检测、结果计算与统计、质量控制和质量保证、注意事项。	
1 范围	建议进一步说明使用范围为什么包括土壤背景、农用地、建设用地、土壤污染事故等？	采纳	2021 年，省生态环境厅印发《关于 12 个环境热点问题前瞻性监测研究实施计划的通知》和《土壤微塑料前瞻性监测研究工作方案》，要求在南京市、徐州市及宿迁市选取典型地块开展建筑工地防尘网、农田覆膜生产、废塑料加工残留物对土壤环境微塑料的影响。故本标准选择	
1 范围	建议 PA 明确是 PA66 还是 PA6？	采纳	明确为 PA66	

1 范围	标准叫“微塑料”，建议移除大塑料的表述。	采纳	<p>大塑料对微塑料的溯源有很重要辅助作用，因此将大塑料检测内容做成附录 D 大塑料检测。</p> <p style="text-align: center;">附录 D (资料性) 大塑料检测</p> <p>本文件“6.2 土壤样品研磨”阶段，截留在 5mm 金属筛上的大塑料，是开展土壤微塑料污染溯源和环境行为的重要支撑，需要与土壤微塑料样品同样开展检测。</p> <p>1 样品清洁</p> <p>以土壤样品为单位，逐一开展大塑料样品清洁。</p> <p>a) 在500ml烧杯中加入200ml污水乙醇，然后将截留在5mm金属筛上的大塑料样品放入烧杯中，在超声波清洗机中超声清洗，其间使用不锈钢镊子搅动大塑料，遇到卷曲严重的需要用镊子使其舒展，以便于去除大塑料表面吸附的杂质。</p> <p>b) 逐一将清洗过后的的大塑料样品取出至于清洁的培养皿中（7.2.11），如大塑料表面仍有杂质，可重复a)操作2~3次。</p> <p>c) 按照7.8.1步骤对大塑料样品进行干燥，干燥后去除至于干燥器中备测。</p> <p>2 样品检测</p> <p>按照8.1步骤观察记录大塑料样品的形态、颜色和尺寸，按照8.2检测大塑料样品的成分，相关数据和结果记录于表B.1和B.2。</p> <p>3 结果计算与统计</p> <p>按照9步骤开展大塑料样品的结果计算与统计。</p>
3.1 土壤微塑料	进一步规范表述土壤微塑料的定义，建议与总站一致	采纳	<p>3.1 土壤微塑料 Soil microplastics</p> <p>土壤环境中最大尺寸小于5 mm的塑料。 </p>

3.4 微塑料检测尺寸分级	建议进一步优化微塑料分级,以满足不同监测目的需要	采纳	<p>3.4 微塑料检测粒径分级 Particle size grading</p> <p>本文件从土壤微塑料的仪器检测粒径范围、人员操作能力和工作效率等因素考虑,将微塑料按照尺寸初步分为500 μm~5 mm、20 μm~500 μm两个等级,也可以根据不同监测目的增加300 μm~500 μm、100 μm~300 μm或100 μm~500 μm等粒径分级,以便于实验操作、仪器检测和结果统计分析。</p>
4.1 监测点位	建议进一步明确不同监测类型的具体要求。	未采纳	进一步梳理发现 HJ/T 166、NY/T 395 和 HJ 25.1,分别对区域背景、农田土壤、建设用地、土壤污染事故等类型的监测布点、采样量、采样深度做了详细规定,满足土壤微塑料工作要求,且 HJ/T 166、NY/T 395 和 HJ 25.1 均为上位标准,故直接引用相关要求。
4.2 监测频次	建议区域背景和农田土壤中微塑料监测 5 年一次可能不够。	采纳	<p>4.2 监测频次</p> <p>区域背景和农田土壤中微塑料监测每5年开展不少于1次;建设用地在项目施工前、施工中和施工后各监测1次;土壤污染事故监测按管理需求开展。</p>
6.1 样品干燥	建议进一步精简语言表述,为什么选择冻干法的理由放入编制说明中,并直接明确优先使用冻干法。	采纳	<p>6.1 样品干燥</p> <p>使用冷冻干燥法或风干法制备土壤干样,优先推荐冷冻干燥法。</p> <p>——冷冻干燥法</p> <p>将土壤湿样用铝箔包裹,铝箔表面扎若干小孔便于水分升华,然后将土壤样品平铺在不锈钢材质冷冻干燥盘中,放入-20 $^{\circ}\text{C}$冰柜中冷冻24 h,开启冷冻干燥机,待冷阱温度降至-50 $^{\circ}\text{C}$后,将冷冻好的样品放入冷冻干燥机中冷冻干燥48 h。</p> <p>——风干法</p> <p>将土壤湿样用铝箔包裹,铝箔表面扎若干小孔便于水分蒸发,然后将土壤样品平铺在搪瓷盘底部,置于样品风干架上,在小于40 $^{\circ}\text{C}$且避免阳光直射的条件下自然风干。</p>

7.1 试剂和材料	0.45 微米滤膜过滤有点太严格了，可以适当放宽范围	采纳	<p>7.1 试剂和材料</p> <p>本文件所使用的纯水、双氧水、无水乙醇、氯化钠溶液、碘化钠溶液、过二硫酸盐溶液，在使用前均需经0.45 μm~2 μm的玻璃纤维滤膜过滤后，盛于玻璃螺口瓶中备用，瓶盖使用铝箔垫片防止塑料污染。</p>
7.2 仪器和设备	核实补充冷冻干燥机等仪器	采纳	<p>7.2.17 红外显微成像系统：检测范围 600 cm^{-1}~4000 cm^{-1}；</p> <p>7.2.18 拉曼显微成像系统：检测范围 100 cm^{-1}~4000 cm^{-1}。</p> <p>7.2.19 冷冻干燥机：冷阱温度小于-50℃，冻干仓体积大于 10L，批处理能力大于 10kg/48h。</p>
7.3 预消解	消解时长不易超过 24 小时，优化消解温度和时长。	采纳	<p>7.4 预消解</p> <p>称取20.00 g~30.00 g样品放入浮选杯（7.2.3），加入100 ml过二硫酸钾溶液（7.1.5），充分搅拌，使用铝箔封口后于室温（20 $^{\circ}\text{C}$~35 $^{\circ}\text{C}$）消解8 h~12 h，期间每隔1个小时搅拌混匀1次，待土壤变为灰白色即可停止消解，如超过12h土壤仍未变为灰白色可以适当延长消解时间，最长不超过24 h。消解样品静置冷却，待上清液澄清后可进入浮选阶段。</p>
7.5.3	微塑料是漂浮在表面的，直接倾倒会形成涡流且吸附在烧杯表面，难以发现和冲洗，建议使用溢流法。	采纳	<p>于勿搅拌 5 分钟~10 分钟，转速以液面刚刚有漩涡即可，以便于微塑料颗粒上浮。</p> <p>7.5.3 取出并冲洗搅拌棒，用铝箔封口后静置溶液，待土壤颗粒全部沉降于杯底，上层溶液澄清透明后，使用溢流法将上清液小心转移至 7.5.1 的滤器中，不要造成杯底土壤扰动，以免堵塞滤膜。抽滤瓶内的溶液转移至废液桶并用纯水冲洗抽滤瓶。</p>
7.8.3	建议明确污水乙醇的浓缩温度，避免微塑料发生改性	采纳	<p>7.8.3 将浓缩管中的无水乙醇加热（55 $^{\circ}\text{C}$±5 $^{\circ}\text{C}$）浓缩至体积小于 1 mL，然后转移至 2 ml 液相用玻璃进样瓶中，使用少量无水乙醇冲洗浓缩管 2~3 次，冲洗液合并转移到进样瓶中定容至 2ml，4$^{\circ}\text{C}$的冰箱冷藏保存。</p>

8 样品检测	建议明确不同尺寸所对应的一起设备，否则会以为三台设备都要配备。	采纳	<p>8 微塑料样品检测</p> <p>微塑料上机检测生成红外谱或拉曼图后，需与仪器的标准谱库进行匹配分析，与标准谱库匹配度$\geq 70\%$的，选择匹配度最高的微塑料材质类型作为该颗粒的材质类型。不同类型仪器设备检测方法见 8.1.1~8.1.3，检测单位可根据自身仪器配置情况选择相应的仪器，微塑料检测粒径覆盖$20\ \mu\text{m}\sim 5\ \text{mm}$即可。</p>
9.4	建议将定性分析，并入仪器检测	采纳	<p>8 微塑料样品检测</p> <p>微塑料上机检测生成红外谱或拉曼图后，需与仪器的标准谱库进行匹配分析，与标准谱库匹配度$\geq 70\%$的，选择匹配度最高的微塑料材质类型作为该颗粒的材质类型。不同类型仪器设备检测方法见 8.1.1~8.1.3，检测单位可根据自身仪器配置情况选择相应的仪器，微塑料检测粒径覆盖$20\ \mu\text{m}\sim 5\ \text{mm}$即可。</p>
9.2 和 9.4	本标准的匹配度要求过高，建议参考总站及其他文献的进行调整	采纳	<p>在 8 微塑料样品检测中进行了明确。</p> <p>8 微塑料样品检测</p> <p>微塑料上机检测生成红外谱或拉曼图后，需与仪器的标准谱库进行匹配分析，与标准谱库匹配度$\geq 70\%$的，选择匹配度最高的微塑料材质类型作为该颗粒的材质类型。不同类型仪器设备检测方法见 8.1.1~8.1.3，检测单位可根据自身仪器配置情况选择相应的仪器，微塑料检测粒径覆盖$20\ \mu\text{m}\sim 5\ \text{mm}$即可。</p>
7.9 微塑料样品检测	由于显微成像系统无法检测微塑料的颜色和形状，建议把显微成像和傅里叶红外分开表述。附录 B 同步进行调整	采纳	<p>已在 8.1、8.3 和 9.2 章节进行调整。附录 B 更加显微红外记录表。</p>

		<p>8.1 体视显微镜法</p> <p>首先将7.8.1得滤膜上未消解掉的植物纤维剔除，然后将可能是微塑料的固体物质逐一置于体视显微镜下观察，将其形态、颜色和尺寸记录于表B.1，统计结果记录于表B.2。</p> <p>8.2 傅立叶变换红外光谱仪法</p> <p>逐一将8.1.1中可能是微塑料的固体物质，使用傅立叶变换红外光谱仪鉴定成分记录于表B.1，统计结果记录于表B.2。若匹配度小于70%，重新制样，或选取样品其他位置重新采集谱图，匹配度仍小于70%不予认定为塑料。</p> <p>8.3 显微成像系统法</p> <p>逐一对7.8.3的微塑料悬浊液进行制样，并使用使用显微红外成像系统或显微拉曼成像系统进行检测，记录微塑料成分和尺寸于B.3。若匹配度小于70%不予认定为塑料。</p>
--	--	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

表 B.3 显微红外法土壤微塑料结果统计记录

任务名称: _____ 样品编号: _____ 采样日期: _____ 前处理日期: _____

分析日期: _____ 仪器名称: _____ 仪器型号: _____ 共 _____ 页 第 _____ 页

1、丰度计算			
数量 (个)		取样量 (g)	
干物质含量 (%)		丰度 (个/kg)	
2、结果统计			
最大尺寸范围	数量 (个)	丰度 (个/kg)	占比 (%)
300 μm-500 μm			
100 μm-300 μm			
20μm-100μm			

填表人: _____ 校对人对: _____ 审核人: _____

10 质量控制和质量保证
建议增加全程序空白

采纳

10.2 全程序空白样品
采样前在实验室将一份空白土壤样品封装在2.0L棕色广口玻璃瓶中,将其带到现场。与采样的样品瓶同时开盖和密封,随样品运回实验室,按与其他样品相同的分析步骤进行处理和测定,用于检查样品采集到分析全过程是否收到污染。

10.3 实验室空白	土壤微塑料受实验室环境影响，单次的空白随机性较大。计算结果直接减去空白是否科学	采纳	正在进一步研讨和广泛征求意见，目前倾向于，在批次检测的前中后各测试一个空白。

附件 3

征求意见前技术审查会专家反馈意见及修改情况

标准名称	《土壤微塑料监测技术规范》（征求意见稿）				
编制单位	江苏省环境监测中心				
专家	序号	单位	姓名	职称	
	1	中国环境科学研究院	安立会	研究院	
	2	中国科学院南京土壤研究所	涂晨	研究员	
	3	南京农业大学	凌婉婷	教授	
	4	江苏省质量和标准化研究院	杨济如	高工	
	5	江苏省南通环境监测中心	武攀峰	正高	
修改章节/页码	意见	意见回复	落实情况		
封面	ICS 和 CCS 号	采纳	<p>ICS <u>01.040.13</u></p> <p>CCS <u>Z10</u></p>		
前言	<p>1. 增加专利的说明</p> <p>2. 文件提出和归口, 需进一步明确</p>	采纳	<p>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。</p> <p><u>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专利的责任。</u></p> <p>本文件由江苏省<u>生态环境厅</u>提出、<u>归口并组织实施</u>。</p> <p>本文件起草单位：<u>江苏省环境监测中心、江苏省环境科学研究院、南京大学。</u></p> <p>本文件主要起草人：<u>唐梦涵、袁广旺、吴仲夏、吕赢、董冰洁、朱冰清、顾雪元、XXXX</u></p>		

1 范围	1. 删除土壤污染事故； 2. 将第二段和第三段合并	采纳	<p>1 范围</p> <p>本文件规定了土壤环境中微塑料监测采样、土壤样品保存与流转、土壤样品制备、土壤中微塑料样品制备、微塑料样品光谱检测、结果计算与统计、质量控制和质量保证、注意事项。</p> <p>本文件适用于土壤背景、农用地、建设用地等<u>土壤类型中尺寸在 20 μm~5 mm 的微塑料监测</u>，塑料类型包括聚乙烯（PE）、氯乙烯（PVC）、聚丙烯（PP）、聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）、聚苯乙烯（PS）、聚碳酸酯（PC）、ABS 塑料（ABS）、尼龙（PA66）。<u>其他微塑料的测定也可参照本标准执行。</u></p>
2 规范性引用文件	1. 明确 GB/T 15608 的准确名称； 2. 核实文件是否引用了 HJ25.2, 如未引用需删除； 3. 调整标准引用顺序	采纳	<p><u>GB/T 15608 中国颜色体系</u></p> <p>HJ 25.1 建设用地土壤污染状况调查技术导则</p> <p><u>HJ/T 166 土壤环境监测技术规范</u></p> <p><u>HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法</u></p> <p>NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范</p> <p><u>NY/T 1121.6 土壤有机质的测定</u></p>

<p>3 术语和定义</p>	<p>1. 将土壤微塑料明确为微塑料； 2. 明确是土壤冷冻干燥； 3. 进一步微塑料密度浮选； 4. 删除微塑料检测尺寸分级； 5. 进一步规范丰度定义表述</p>	<p>采纳</p>	<p>3.1</p> <p>微塑料 Soil microplastics 环境中最大尺寸小于5 mm的塑料。</p> <p>3.2</p> <p>土壤冷冻干燥 Freeze drying 将新鲜样品在较低（-20℃）的温度下冻结成块，然后在真空条件下使其中的水分不经液态直接升华成气态，最终使土壤脱水干燥。</p> <p>3.3</p> <p>微塑料密度浮选 Density flotation 利用微塑料与土壤之间的密度差异，使用浮选溶液，在机械搅拌条件下使微塑料浮于溶液表面、土壤沉在溶液底部，从而使土壤中微塑料被分离富集的操作。</p> <p>3.4</p> <p>土壤微塑料丰度 microplastic abundance in soil 指单位重量土壤中含有微塑料的数量，个/kg（干重）。</p>
<p>4.2 监测频次</p>	<p>1. 删除土壤污染事故，优化建设用地监测频次； 2. 常规塑料5年不少于1次可以，但是可降解塑料可能2-3年就降解了，建议增加可降解塑料的监测频次。</p>	<p>采纳。</p>	<p>4.2 监测频次</p> <p>土壤背景和农用地中微塑料每5年监测不少于1次，可降解塑料可适当增加监测频次；建设用地按管理需求开展。</p>

4.4 采样工具	删除螺旋取土钻和采样用车料	采纳	<p>4.4 采样器具</p> <p>4.4.1 工具类：铁锹、铁铲、圆状取土钻、竹片以及适合特殊采样要求的工具等，应避免使用塑料材质的工具。</p> <p>4.4.2 器材类：定位仪、罗盘、照相机、卷尺、不锈钢盆、样品箱等。</p> <p>4.4.3 文具类：样品标签、采样记录表、铅笔、资料夹等。</p> <p>4.4.4 安全防护用品：工作服、工作鞋、安全帽、药品箱等。</p>
5 土壤样品保存与流转	将土壤样品保存与流转，调整为4.5，同步调整所有章节号	采纳	<p>4.5 保存与流转</p> <p>土壤样品使用2 L棕色广口玻璃瓶保存。在采样现场样品必须逐件与样品登记表、样品标签和采样记录进行核对，核对无误后分类装箱。运输过程中严防样品的损失、混淆和沾污。由专人将土壤样品送到实验室，送样者和接样者双方同时清点核实样品，并在样品交接单上签字确认，样品交接单由双方各存一份备查。</p>
5.1 样品干燥 6.1 试剂和耗材；7 微塑料样品检测；9 质量控制盒质量保证；9.4 样品加标回收	全文调整悬置段的情况	采纳	<p>其中 5.1 “样品干燥”的悬置段并入 5.1.1；6.1 “试剂和耗材”的悬置段调整为“9.2 实验试剂”；7 “微塑料样品检测”的悬置段调整为 7.1；9.4 的悬置段调整并入“9.6.1”</p> <p>5.1 样品干燥</p> <p>5.1.1 优先推荐冷冻干燥法。将土壤湿样用铝箔包裹，铝箔表面扎若干小孔便于水分升华，然后将土壤样品平铺在不锈钢材质冷冻干燥盘中，放入-20 ℃冰柜中冷冻 24 h，开启冷冻干燥机，待冷阱温度降至-50 ℃后，将冷冻好的样品放入冷冻干燥机中冷冻干燥 48 h。</p> <p>6.1 试剂和材料</p> <p>6.1.1 双氧水：含量 30%。</p>

7 微塑料样品检测

7.1 定性分析

微塑料上机检测生成红外谱或拉曼图后，需与仪器的标准谱库进行匹配分析，与标准谱库匹配度 $\geq 70\%$ 的，选择匹配度最高的微塑料材质类型作为该颗粒的材质类型。不同类型仪器检测方法见7.2~7.4，检测单位可根据自身仪器配置情况选择相应的仪器，微塑料检测尺寸覆盖 $20\ \mu\text{m}\sim 5\ \text{mm}$ 即可。

9 质量控制和质量保证

9.1 实验室环境

本文件中土壤风干室或冷冻干燥机、研钵、金属筛、研磨通风橱、消解通风橱和洁净工作台等设备，使用前均应仔细清洗并使用吸尘器除尘，做到整洁，无尘，其中试剂配制、样品浮选、分级过滤、干燥、浓缩均应在洁净工作台内操作。

9.2 实验试剂

本文件所使用的纯水、双氧水、无水乙醇、氯化钠溶液、碘化钠溶液、过二硫酸盐溶液，在使用前均需经 $0.45\ \mu\text{m}\sim 2\ \mu\text{m}$ 的玻璃纤维滤膜过滤后，盛于玻璃螺口瓶中备用，瓶盖使用铝箔垫片，以去除试剂中可能含有的被测尺寸的微塑料，降低试剂空白。

9.6 样品加标回收测定

9.6.1 $100\ \mu\text{m}\sim 5\text{mm}$ 微塑料样品加标

每分析一批（20个）样品至少做一个加标回收测定。选择1~2种形状规则、颜色鲜艳的 $500\ \mu\text{m}\sim 5\ \text{mm}$ 或中 $100\ \mu\text{m}\sim 500\ \mu\text{m}$ 微塑料参考物进行加标实验，加标回收率应在70~110%之间。

<p>5 土壤样品制备</p>	<p>修改成“土壤干样制备”</p>	<p>采纳</p>	<p>5 土壤干样制备</p>
<p>6.1 试剂和材料</p>	<p>1. 微塑料操作，不要求严格控制室温，建议整个标准统一使用“室温（20-30℃）”修改为室温； 2. 氯化钠和碘化钠统一单位“kg/L”</p>	<p>采纳</p>	<p>6.1.3 氯化钠溶液（$\rho=1.2$ kg/L）：室温条件下，每 1 L 纯水中少量多次加入分析纯氯化钠 370 g，充分搅拌溶解，此时氯化钠溶液密度约 1.2 kg/L。 6.1.4 碘化钠溶液（$\rho=1.8$ kg/L）：室温条件下，每 1 L 纯水中少量多次加入分析纯碘化钠 1800 g，充分搅拌溶解，此时碘化钠溶液密度约 1.8 kg/L。 6.1.5 过二硫酸钾溶液（$c=0.2$ mol/L）：称取过二硫酸钾（$K_2S_2O_8$）54.07 g，溶于少量水中，然后加</p> <div style="border: 1px solid gray; padding: 2px; margin-top: 5px;"> <p>删框 删除：（20℃~30℃）</p> <p>删框 删除：1.20 g/ml</p> </div>
<p>6.1.6 微塑料标准品</p>	<p>1. 目前国内外生产的微塑料都不具备“标准”的授权，建议修改为“微塑料参考物”； 2. 增加人工制备的表述； 3. 删除“大”“中”“小”，以尺寸进行分级。</p>	<p>采纳</p>	<p>6.1.6 微塑料参考物 分别购置20 μm~100 μm、100 μm~500 μm、500 μm~5 mm三种尺寸的常见微塑料标准品，如聚乙烯（PE）、聚氯乙烯（PVC）、聚丙烯（PP）、聚乙烯对苯二甲酸酯（PET）、聚苯乙烯（PS）、聚碳酸酯（PC）、ABS塑料（ABS）、尼龙（PA）等。也可以购买相应的塑料原料，使用剪切、粉碎、筛分等手段制得不同粒径的微塑料参考物。 9.6.1 100 μm~5mm微塑料样品加标 9.6.2 20 μm~100 μm微塑料样品加标</p>
<p>附录</p>	<p>附录顺序按文件中出现顺序调整。</p>	<p>采纳</p>	<p>已将附录 A、B、C、D 的顺序。 5.2 样品研磨 在陶瓷研钵中将土壤样品轻柔压碎，剔除砾石和颗粒较大的动植物残骸后称取土壤质量，然后全量通过5 mm金属筛筛分，过筛后的土壤样品装于用2 L棕色广口玻璃瓶中。每个土壤样品过筛后，均需收集截留在金属筛上的大塑料样品，用玻璃培养皿编号保存、待测，详见附录A。 6.2.8 玻璃抽滤套装：配外径 50 mm、内径 30 mm~40 mm 滤头，滤头不带玻璃砂芯和栅格（详见附录B），配 500 ml~1000 ml 玻璃抽滤瓶。</p>

			<p>7.2 体视显微镜法</p> <p>首先将6.8.1的滤膜上未消解掉的植物纤维剔除，然后将可能是微塑料的固体物质逐一置于体视显微镜下观察，将其<u>颜色和形态（附录C）以及尺寸</u>记录于表D.1，统计结果记录于表D.2。</p>
6.2.14	超声清洗机，删除“超声时长3-5min，水温低于35度”	采纳	<p>6.2.14 超声清洗机：<u>使用时</u>超声频率调至最低。</p>
6.2.16-18	进一步规范光谱仪器的名称、波长或波数范围	采纳	<p>6.2.16 傅立叶变换红外光谱仪：<u>波数</u>范围 600 cm^{-1}~4000 cm^{-1}，配衰减全反射（ATR）附件。</p> <p>6.2.17 <u>显微红外</u>成像光谱仪：<u>傅立叶变换原理波数</u>范围 600 cm^{-1}~4000 cm^{-1}；<u>激光原理波数</u>范围 975 cm^{-1}~1809 cm^{-1}</p> <p>6.2.18 <u>显微拉曼</u>成像光谱仪：<u>波数</u>范围 100 cm^{-1}~4000 cm^{-1}。</p> <p>6.2.19 冷冻干燥机：冷阱温度小于-50℃。</p>
6.3 干物质	增加有机质测定	采纳	<p>6.3 干物质和有机质含量测定</p> <p><u>按照HJ 613 测定土壤样品干物质含量，按照NY/T 1121.6 测定土壤样品有机质含量。</u></p>
6.4 预消解	室温预消解效率不高，建议改成水浴或空气浴	采纳	<p>6.4 预消解</p> <p>称取20.00 g~30.00 g样品放入浮选杯（6.2.3），加入100 ml过二硫酸钾溶液（6.1.5），充分搅拌，使用铝箔封口后于<u>水浴或电热板（55 °C±5 °C）条件下</u>消解8 h~12 h，待土壤变为灰白色即可停止消解，如超过12h土壤仍未变为灰白色可以适当延长消解时间，最长不超过24 h。消解样品静置冷却，待上清液澄清后可进入浮选阶段。</p>

<p>7.3 傅立叶变换红外光谱仪法</p>	<p>“重新制样”容易误解成从样品浮选开始，直接明确具体操作。</p>	<p>采纳</p>	<p>7.3 傅立叶变换红外光谱仪法</p> <p>逐一将7.2中可能是微塑料的固体物质，使用傅立叶变换红外光谱仪鉴定成分记录于表D.1，统计结果记录于表D.2。若匹配度小于70%，需将样品重新使用乙醇（6.1.2）超声清洗、干燥（6.8.1）或选取样品其他位置重新采集谱图，匹配度仍小于70%不予认定为塑料。</p>
<p>7.4 显微成像系统</p>	<p>“显微成像系统”容易误解成生命学科的仪器，建议明确是光谱仪器。</p>	<p>采纳</p>	<p>7.4 显微成像光谱仪法</p> <p>逐一对6.8.3的微塑料悬浊液进行制样，并使用使用显微红外成像光谱仪或显微拉曼成像光谱仪进行检测，记录微塑料成分和尺寸于D.3。若匹配度小于70%不予认定为塑料。</p>
<p>7.2-7.4</p>	<p>增加每一种仪器的尺寸检测范围</p>	<p>采纳</p>	<p>按照 6.7 “注：” 中的粒径分级，对应的在 7 的 “注：” 中明确了各粒径分级建议选择的仪器方法。</p> <p>注：如6.7.1增加了100 μm≤尺寸<500 μm的不锈钢滤膜过滤，则建议使用体式显微镜（7.2）、傅立叶变换红外光谱仪（7.3）进行检测，以增加微塑料颜色和形态信息；如6.7.2增加了20 μm<尺寸<100 μm的不锈钢滤膜过滤，则均应使用显微成像光谱仪（7.4）进行检测。</p> <p>8 结果计算与统计</p>
<p>9 质量控制和质量保证</p>	<p>进一步明确“洁净工作台”的使用场景；</p>	<p>采纳</p>	<p>9.1 实验室环境</p> <p>本文件中土壤风干室或冷冻干燥机、研钵、金属筛、研磨通风橱、消解通风橱和洁净工作台等设备，使用前均应仔细清洗并使用吸尘器除尘，做到整洁，无尘。其中，试剂配制、样品浮选、分级过滤、干燥、浓缩均应在洁净工作台内操作。</p>
<p>11.4</p>	<p>标准文本中删除11.4，可在编制说中表述。</p>	<p>采纳</p>	<p>11.3 实验过程尽量关闭实验室门窗，减少室内气流扰动，人员应穿戴袖套和手套。</p> <p>11.4—7.5.2步骤，由于预消解样品中残留大量双氧水和过二硫酸盐，会使碘化钠被氧化，降低浮选溶液密度，同时也导致价格较高的碘化钠溶液无法回收利用，故第一次使用价格便宜的氯化钠溶液进行浮选。</p>

附录	进一步完善规范附录中的表述	采纳	表 C.1 微塑料形态分类															
			分类		形态特征													
		纤维 (包括线)		长丝状, 直径通常为几微米到几十微米; <u>单丝线、线绳、股线等。</u>														
		颗粒		<u>规则或不规则形状的硬颗粒</u>														
1、丰度计算																		
总数量 (个)				取样量 (g)				干物质含量 (%)				总丰度 (个/kg)						
2、结果统计																		
最大尺寸范围	数量 (个)	丰度 (个/kg)	占比 (%)	形态	数量 (个)	丰度 (个/kg)	占比 (%)	颜色	数量 (个)	丰度 (个/kg)	占比 (%)	成分	数量 (个)	丰度 (个/kg)	占比 (%)			
500μm~5mm				纤维				红				PE						
20μm~500μm				颗粒				黄				PP						
300μm~500μm				片				绿				PVC						
100μm~300μm				薄膜				蓝				PS						
50μm~100μm				泡沫				紫				PET						
20μm~50μm				纤维				黑				PA						
编制说明	按照江苏省地方标准编制说明有关要求修改编制说明	采纳	详见编制说明															