

ICS 13.060.99

CCS Z 16



团体标准

T/CSTM 00886—2024

地下水中微塑料的测试 傅里叶变换显微红外光谱法

Determination of microplastics in groundwater—Fourier transform infrared
microspectroscopy

2024-06-21 发布

2024-09-21 实施

中关村材料试验技术联盟

发布

目 次

前 言	2
引 言	3
1 范围	4
2 规范性引用文件	4
3 术语和定义	4
4 方法原理	5
5 仪器和设备	5
6 试剂和材料	6
7 操作流程	6
8 样品	7
9 试验步骤	10
10 结果分析与计算	10
11 质量控制	11
12 质量保证	12
13 报告	12
附 录 A（资料性）地下水中微塑料测试示例	13
附 录 B（资料性）常见聚合物的红外谱带位置	18
附 录 C（资料性）微塑料测试记录表	20
附 录 D（资料性）起草单位和主要起草人	22
参考文献	23

前 言

本文件参照 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》和 GB/T 20001.4-2015 《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国材料与试验标准化委员会基础与共性技术标准化领域委员会（CSTM/FC00）提出。

本文件由中国材料与试验标准化委员会基础与共性技术领域微塑料及其环保试验标准化技术委员会（CSTM/FC00/TC03）归口。

引 言

微塑料是指尺寸小于 5 毫米的合成高分子材料纤维、碎片、颗粒和薄膜。微塑料在海洋、湖泊、河流等地表水环境中广泛存在，对生物和环境的影响成为研究热点。农产品、污水污泥以及灌溉活动的广泛应用，微塑料被不断地释放到土壤中；它们可以沿着土壤剖面运移，并可通过生物活动和水渗透进入地下水。因此，以饮用水源为主的地下水中微塑料污染状况目前也受到普遍关注。环境中微塑料的尺寸微小，肉眼往往难以分辨，且是形状多样，非均匀塑料颗粒混合物。

傅里叶变换显微红外光谱法是分析高分子材料的重要方法之一，可对微塑料的形状、颜色、尺寸、数量和聚合物种类进行测试分析。不同环境介质中，微塑料赋存特性不同，前处理方法有所差异。在现阶段地下水体中微塑料的相关研究中，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等多借鉴海水或其它淡水中微塑料的方法，且多种多样，缺乏标准化的分析测试方案，导致不同研究结果之间缺乏可比性。

本文件的制定为地下水中微塑料样品的采集、保存、分离和采用傅里叶变换显微红外测试分析等环节提供规范统一的方法。

地下水中微塑料的测试 傅里叶变换显微红外光谱法

1 范围

本文件描述了傅里叶变换显微红外光谱法测试地下水中微塑料的方法。

本文件适用于地下水中尺寸范围在 50 μm ~5 mm 之间的微塑料的形状、颜色、尺寸、数量和聚合物种类的测试。

2 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

HJ 164 地下水环境监测技术规范

T/CSTM 00563 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

3 术语和定义

HJ 164 和 T/CSTM 00563 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

地下水 groundwater

地表以下饱和含水层的重力水。

[来源：HJ 164-2020, 3.1]

3.2

微塑料 microplastics

尺寸小于5毫米的合成高分子材料纤维、碎片和颗粒。

[来源：T/CSTM 00563-2022, 3.2, 有修改]

3.3

微塑料尺寸 size of microplastics

以纤维、碎片、颗粒和薄膜最长边的尺寸。

3.4

微塑料丰度 abundance of microplastics

单位水体积中含有微塑料的数量，个/升。

[来源：T/CSTM 00563—2022, 3.3, 有修改]

4 方法原理

使用傅里叶变换显微红外光谱仪对污水中的微塑料进行测试。样品经采集、分离、净化后，水中的

目标物被抽滤至滤膜上。首先使用显微镜观察滤膜上目标物，观察目标物的颜色、大小及形状并进行记录。然后采用傅里叶变换显微红外光谱仪对滤膜上的目标物进行测试分析。根据不同分子结构的聚合物吸收不同的能量而产生相应的红外吸收光谱的原理，将目标物的红外光谱图与标准谱图对比，结合目标物特征谱带的特征吸收峰位置、数目、相对强度和形状（峰宽）等参数，推断目标物中存在的基团和官能团，确定其分子结构，从而确定目标物聚合物种类。最后统计微塑料的数量，计算丰度。

5 仪器设备

5.1 傅里叶变换显微红外光谱仪

波数范围 $4000\text{ cm}^{-1} \sim 400\text{ cm}^{-1}$ ，光谱分辨率优于 4 cm^{-1} ，配有 MCT（碲镉汞）检测器，建议配有聚合物的标准谱图库。

5.2 体视显微镜

光学放大倍数：10X-200X；或其他性能相当设备。

5.3 真空抽滤装置

滤器为玻璃或不锈钢材质。

5.4 超声波清洗器

功率 $\geq 400\text{ W}$ ，超声波输出功率可调节。

5.5 电热鼓风干燥箱

温度 $\leq 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.6 天平

分辨力分别不低于 1 g 和 0.1 g 。

5.7 采样瓶

500 mL、1000 mL 具塞磨口棕色玻璃瓶。

5.8 试剂瓶

100 mL、500 mL 棕色玻璃试剂瓶。

5.9 多功能水质参数分析仪

用于电导率、溶解氧、氧化还原电位、浊度、pH、温度等指标的测定。

5.10 水位计

材质应选择具有化学钝性、不易吸附微塑料，刻度可读至 0.1 cm 。

5.11 洗井及采样设备

以贝勒管或可调整汲水速率抽水泵洗井。材质应具有化学钝性，汲水时不应产生气提、气曝作用而导致地下水浊度增大。

6 试剂和材料

6.1 总体要求

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，实验用水为 GB/T 6682 规定的一级水。

6.2 七水硫酸亚铁 ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

分析纯 AR。

6.3 双氧水 (H_2O_2)

质量分数为 30%。

6.4 氯化锌 (ZnCl_2)

分析纯 AR。

6.5 浓硫酸 (H_2SO_4)

密度为 1.84 g/mL。

6.6 浓盐酸 (HCl)

密度为 1.19 g/mL。

6.7 氯化锌 (ZnCl_2) 溶液

密度为 $\rho \geq 1.50 \text{ g/cm}^3$ 。称取 1500 g ZnCl_2 (6.4) 固体加入 1 L 烧杯中，加超纯水溶解后加入 5 mL 浓盐酸 (6.6)，使用 1.0 L 容量瓶定容，充分搅拌溶解，经玻璃纤维滤膜 (6.10) 过滤，收集过滤后的溶液，保存待用。

6.8 二价铁溶液 (Fe^{2+} 溶液)

浓度为 0.05 mol/L。将 3 mL 浓硫酸 (6.5) 沿搅拌棒缓慢的加入到超纯水中，将 7.5 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (6.2) 加入硫酸溶液中，搅匀，定容至 500 mL，经玻璃纤维滤膜 (6.10) 过滤，收集过滤后的溶液，保存在棕色玻璃试剂瓶中，应现用现配。

6.9 不锈钢滤膜

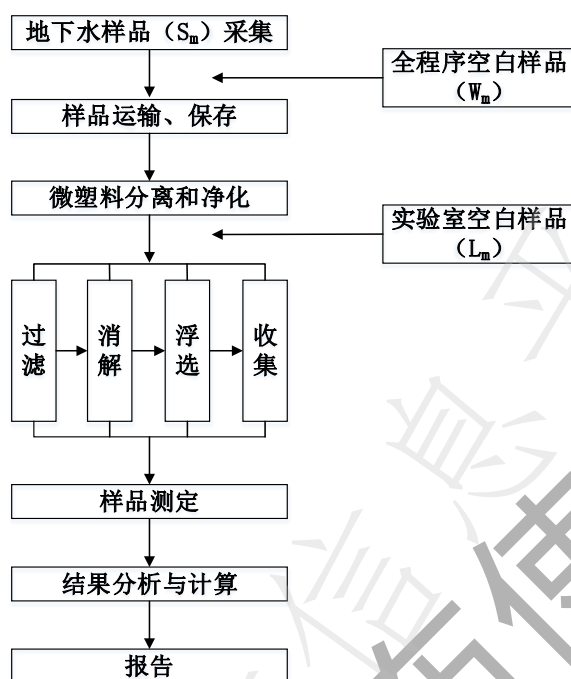
孔径为 5 μm 和 10 μm 。

6.10 玻璃纤维滤膜

孔径为 0.45 μm 。

7 操作流程

操作流程包括地下水样品采集、保存、分离、净化、测试和结果分析与计算。样品采集时应添加全程序空白样品，样品前处理时应添加实验室空白样品。样品经分级过滤、消解处理、浮选后收集微塑料，在显微镜下分拣识别，利用傅里叶显微红外光谱进行聚合物种类的判定、微塑料数量分析和丰度计算。具体流程如图 1 所示，测试示例见附录 A。



式中：

S_m —样品 m 的编号；

S_{m-n} —样品 m 中目标物 n 的编号；

W_m —全程序空白样品 m 的编号；

L_m —实验室空白样品 m 的编号。

图 1 操作流程图

8 样品

8.1 地下水采样总体要求

地下水样品采集过程依次包括监测井拍照及材料收集、采样准备、洗井、水样采集和样品保存等环节。地下水采样前，应用合适光源向地下水监测井的井管纵深方向照射，检查监测井内壁和外壁，以确保井结构没有损坏。地下水样品采集的基本流程见图 2。

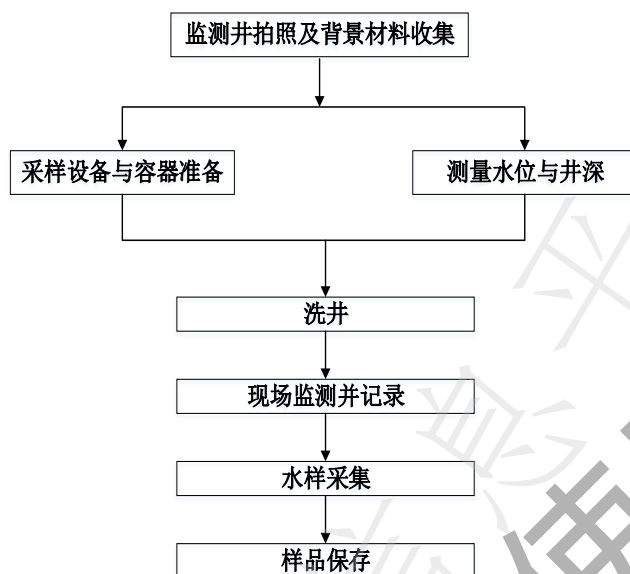


图 2 地下水采样基本流程图

8.2 地下水水位、井水深度测量

地下水水位、井水深度测量要求如下：

a) 井水深度可按公式 (1) 计算：

$$H=h_1-h_0 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

H ——井水深度，单位为米 (m)；

h_1 ——井底至井口深度，单位为米 (m)；

h_0 ——水位面至井口深度，单位为米 (m)。

b) 地下水水位测量主要测量静水位埋藏深度和高程；

c) 手工法测水位时，用布卷尺、钢卷尺、测绳等测具测量井口固定点至地下水水面垂直距离，当连续两次静水位测量数值之差在 $\pm 1 \text{ cm}/10 \text{ m}$ 以内时，测量合格，否则需要重新测量；

d) 有条件的地区，可采用自记水位仪、电测水位仪或地下水多参数自动监测仪进行水位测量；

e) 水位测量结果以 m 为单位，记至小数点后两位；

f) 每次测量水位时，应记录监测井是否曾抽过水，以及是否受到附近井的抽水影响。

8.3 洗井

地下水采样前，应进行采样前洗井，采样前洗井应在成井洗井结束且至少稳定 24h 后，不得采用反冲、气洗、化学等洗井方式。具体操作如下：

a) 首先启动水泵，选择较低速率并缓慢增加，直至出水；

b) 然后调整泵的抽提速率至水位无明显下降或不下降，流速应控制在 (100~500) mL/min，水位降深不超过 10 cm；

c) 最后在现场使用多功能水质参数分析仪，每间隔约 5 min 后测定输水管线出口的出水水质，直至至少 3 项检测指标连续三次测定的变化达到表 1 中的稳定标准（优先选择浊度、电导率、pH 作为判断参数），可结束洗井。若现场测试参数无法满足表 1 中的要求，则洗井抽出水量达到 (3~5) 倍理论井体积即可进行采样。

表 1 地下水采样洗井出水水质的稳定标准

检测指标	稳定标准
pH	±0.1 以内
温度	±0.5℃以内
电导率	±10%以内
氧化还原电位	±10 mV 以内, 或在 ±10% 以内
溶解氧	±0.3 mg/L 以内, 或在 ±10% 以内
浊度	≤10 NTU, 或在 ±10% 以内

8.4 样品采集

地下水采样应在采样前洗井结束 2h 内完成。采样时, 控制出水流速, 最高不得超过 500 mL/min, 尽可能降低出水流速。从输水管线的出口直接采集水样, 首先用采集的水样荡洗采样瓶 (2~3) 次, 然后将水样流入并充满采样瓶, 采样瓶用铝箔纸封口, 贴好标签, 标签一般包括采样日期和时间、样品编号、监测项目等。

8.5 全程序空白样品采集

采集样品时应同时采集全程序空白样品, 样品编号为 W_m 。用采样瓶 (5.7) 装满实验用水带至采样现场, 采样时将水转移至另一个采样瓶 (5.7) 中, 作为全程序空白样品, 随实际样品 (S_m) 一起保存并运输至实验室。

8.6 样品保存

采样瓶用铝箔纸封口, 4℃ 以下冷藏、避光保存, 7 天内完成分析。

8.7 样品前处理

8.7.1 过滤

将待测水样摇匀, 量取适量水样, 准确记录样品体积 V 。用孔径为 10 μm 不锈钢滤膜 (6.9) 过滤, 抽滤负压不得超过 40 kPa。用超纯水反复冲洗量筒及淋洗滤器内壁 3 次, 冲洗液一并过滤。

8.7.2 消解

警告: H_2O_2 有氧化性、腐蚀性, 能引起灼伤, 使用 H_2O_2 消解过程中反应剧烈, 实验人员应按实验要求操作并注意个人防护。

用不锈钢镊子将孔径为 10 μm 不锈钢滤膜 (6.9) 转移至 500 mL 烧杯中, 加入 20 mL 30% H_2O_2 溶液 (6.3) 和 10 mL 二价铁溶液 (6.8), 室温条件下反应 12 h。

如有明显固态不溶物存在, 可增加双氧水的用量, 并将烧杯置于电炉上加热至 50 $^{\circ}\text{C}$, 约 30 min, 加快有机杂质的分解去除。

8.7.3 浮选

8.7.3.1 将孔径为 10 μm 不锈钢滤膜 (6.9) 及消解后的液体全部转移到浮选装置中。

8.7.3.2 用 ZnCl_2 溶液 (6.7) 反复冲洗烧杯内壁, 将冲洗液转移到浮选装置中, 在 400 W 功率下超声处理 10 min。

8.7.3.3 加入 ZnCl_2 溶液 (6.7) 到近瓶口高度, 静置至少 12 h, 直至上层液体澄清, 微塑料漂浮于溶液表面。

8.7.4 微塑料收集

8.7.4.1 使用孔径为 5 μm 的不锈钢滤膜(6.9)或其他适宜红外测试的滤膜收集漂浮于溶液表面的微塑料。

8.7.4.2 应用超纯水反复冲洗, 去除微塑料表面和滤膜表面析出的 ZnCl_2 晶体。

8.7.4.3 用不锈钢镊子将滤膜放入培养皿中, 盖上玻盖, 自然风干, 待测。

8.7.5 空白样品

用超纯水代替样品, 按照 8.7 的步骤对实验室空白样品进行处理, 样品编号为 L_m 。

9 试验步骤

9.1 微塑料的分拣识别

9.1.1 尺寸 $\geq 1 \text{ mm}$

将 8.7.4.3 收集到的滤膜上粒径 $> 1 \text{ mm}$ 的目标物用肉眼识别, 人工分拣, 待测。

9.1.2 尺寸 $< 1 \text{ mm}$

$< 1 \text{ mm}$ 的目标物借助显微镜进行识别和分拣。

9.1.3 编号记录

观察各类目标物外观、分布及形态等特征, 使用不锈钢镊子或针灸针调整目标物位置, 确保目标物单分散, 对各目标物逐一编号 S_{m-n} , 并记录目标物的尺寸、颜色和形状, 以每个目标物最长边的长度确定粒径尺寸。

9.2 傅里叶变换显微红外光谱测试

9.2.1 反射模式显微红外测试

将适宜反射模式测试的滤膜, 放置在样品台上, 或将目标物 (S_{m-n}) 转移到金镜上, 对目标物 (S_{m-n}) 逐个进行红外光谱检测。可用于反射模式测试的滤膜有金膜、银膜等。

9.2.2 透射模式显微红外测试

将适宜透射模式测试的滤膜, 放置在样品台上, 或将目标物 (S_{m-n}) 转移到溴化钾窗片上, 对目标物 (S_{m-n}) 逐个进行红外光谱检测。可用于透射模式测试的滤膜有氧化铝滤膜等。

9.2.3 ATR 模式显微红外测试

将滤膜放到样品台上, 选择 ATR 测量模式, 对目标物 (S_{m-n}) 逐个进行红外光谱检测。

10 结果分析与计算

10.1 聚合物种类的判定

10.1.1 总则

将滤膜上目标物 (S_{m-n}) 的红外光谱图与标准谱图联机检索对照, 结合红外光谱图与标准谱图的匹配度的检索结果和红外光谱解析结果进行判定分析。

10.1.2 匹配度 $\geq 80\%$

认为目标物 (S_{m-n}) 与匹配的标准谱图为同一物质。

10.1.3 50% < 匹配度 < 80%

应进一步分析目标物 (S_{m-n}) 红外谱图中特征峰的位置、数量、形状及其相对强度, 与不同种类聚合物的红外光谱特征谱带 (见附录 B) 进行比对, 对目标物 (S_{m-n}) 红外谱图进行解析鉴定, 若鉴定结果与匹配结果一致, 则认为目标物 (S_{m-n}) 与标准谱图为同一物质; 若不一致, 则认为匹配结果无效, 以鉴定结果为准。

10.1.4 匹配度 $\leq 50\%$

对目标物 (S_{m-n}) 的红外谱图进行解析鉴定, 以鉴定结果为准。

10.2 微塑料数量分析

统计经聚合物种类判定后确认为塑料成分的目标物数量 (N), 将微塑料颜色、大小、形状、聚合物种类和数量结果进行记录, 见附录 C 中表 C.1。

10.3 微塑料丰度计算

按公式 (2) 计算采水样品微塑料丰度:

$$A = \frac{N}{V} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A ——地下水中微塑料的丰度, 单位为个每升 (个/L);

N ——样品微塑料的数量, 单位为个;

V ——过滤地下水的总体积, 单位为升 (L)。

10.4 结果表示

微塑料数量测试结果和微塑料丰度计算结果保留至整数位, 最多保留三位有效数字, 当测试结果 ≥ 1000 个/L 时, 以科学计数法表示。

11 质量控制

11.1 空白试验

每 20 个或每批次样品 (少于 20 个) 至少分析 1 个全程序空白和 1 个实验室空白, 空白中目标物数量应小于 5 个。

11.2 回收率

回收率按照实验室加标空白法进行测试。加标空白样品的制备方法是将已知聚合物种类和数量的微塑料 (粒径范围 $50 \mu\text{m} - 5 \text{mm}$) 加至与测试样品相同体积的超纯水中, 按与测试样品相同的操作步骤进行试验。计算回收率, 应在 60% ~ 120% 之间。加标回收率按照公式 (3) 进行计算。

$$P = \frac{N_1 - N_2}{N_0} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

式中:

P ——加标回收率, 单位为%;

N_0 ——试样中加入的微塑料个数, 单位为个;

N_1 ——加标试样测出的微塑料个数, 单位为个;

N_2 ——未加标试样测出的微塑料个数，单位为个。

12 质量保证

8.1 至 8.6 的测试中应特别注意实验室环境污染对测试结果的影响，应确保：

- 1) 测试过程宜在洁净实验室中进行，并严格操作规范开展试验，若中途停止试验，应将容器用铝箔封口；
- 2) 操作试验过程中应全程穿棉质实验服，避免穿聚酯类实验服；
- 3) 试验中所使用的设备、耗材避免塑料制品，并且确保烧杯、量筒及浮选装置等在使用前的清洁；
- 4) 由于微塑料样品质轻，操作试验过程中应全程关闭空调等送风设备，避免人员随意走动，佩戴口罩。
- 5) 全程序空白、实验室空白中目标物数量不满足要求时，应查找原因，并采取相应措施，消除干扰或污染。

13 报告

报告应包含但不限于以下信息：

- a) 试验环境条件；
- b) 测试试样：样品名称、来源；
- c) 仪器设备：
设备型号；
图像处理软件及处理方法。
- d) 检测结果：大小、形状、颜色、成分、微塑料丰度；
- e) 其他信息：
使用方法标准；
检测日期；
检测单位及检测人等。

附录 A
(资料性)
地下水中微塑料测试示例

A.1 试验内容

地下水中微塑料的测试。

A.2 试验分析方法

傅里叶变换显微红外光谱仪，波数范围： $4000\text{ cm}^{-1} \sim 600\text{ cm}^{-1}$ ，光谱分辨率： 4 cm^{-1} ，配有 MCT（碲镉汞）检测器以及聚合物的标准谱图库。

A.3 试验步骤

A.3.1 样品

A.3.1.1 采样

设定某监测井采样，经过洗井，水质达到稳定标准后，首先用采集的水样荡洗采样瓶 2-3 次，样品采集时应控制出水口流速低于 500 mL/min ，然后将水样流入并充满采样瓶，采集水样 10 L，采样瓶用铝箔纸封口，编号为 S_1 。

设置 1 个全程序空白样品，样品编号为 W_0 ：采样前在实验室将 10 L 超纯水放入玻璃瓶中密封，将其带到采样现场，与采样的玻璃瓶同时开盖和密封，之后随待测地下水样品 (S_1) 一起运回实验室，按与地下水样品相同的操作步骤进行试验。

填写样品标签（标签一般包括采样日期和时间、样品编号、监测项目等）、采样记录；并将标签贴在瓶子上。采样结束，逐项检查采样记录、棕色玻璃采样瓶标签和地下水样品。

A.3.1.2 样品保存

样品密封送至实验室，并于 48 h 内进行分析；未及时测试的样品置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 的条件下冷藏保存，7 d 内测定。

A.3.1.3 样品前处理

A.3.1.3.1 实验室空白样品

设置 1 个实验室空白样品，样品编号为 L_0 ：将 10 L 超纯水代替实际样品，按与地下水样品 (S_1) 相同的操作步骤进行试验。

A.3.1.3.2 过滤

取 10 L 待测水样 (S_1)，摇匀，准确记录样品体积 (V)。用孔径为 $10\text{ }\mu\text{m}$ 不锈钢滤膜过滤，过滤负压不得超过 40 kPa 。用超纯水反复冲洗量筒及淋洗滤器内壁 3 次，冲洗液一并过滤。

A.3.1.3.3 消解

用不锈钢镊子将不锈钢滤膜转移至 500 mL 烧杯中，加入 20 mL 30% H_2O_2 溶液和 10 mL FeSO_4 溶液，用铝箔遮盖，观察反应状态 5 min，以防剧烈反应溢出，然后置于室温条件下反应 12 h。

A.3.1.3.4 浮选

浮选步骤如下：

- 1) 将孔径为 10 μm 不锈钢滤膜及消解后的液体全部转移到浮选装置中；
- 2) 用饱和 ZnCl_2 溶液反复冲洗烧杯内壁，将冲洗液转移到浮选装置中，在 400 W 功率下超声处理 10 min；
- 3) 加入饱和 ZnCl_2 溶液到图 A.1 中指定液面高度，静置至少 12 h，直至上层液体澄清，微塑料漂浮于溶液表面；
- 4) 在上部圆筒状过滤器中加入饱和 ZnCl_2 溶液，并通过导气管往里通入空气，在压力作用下液体通过导流管从液面以下涌出，把漂浮在溶液表面的微塑料顶出，收集流出液。

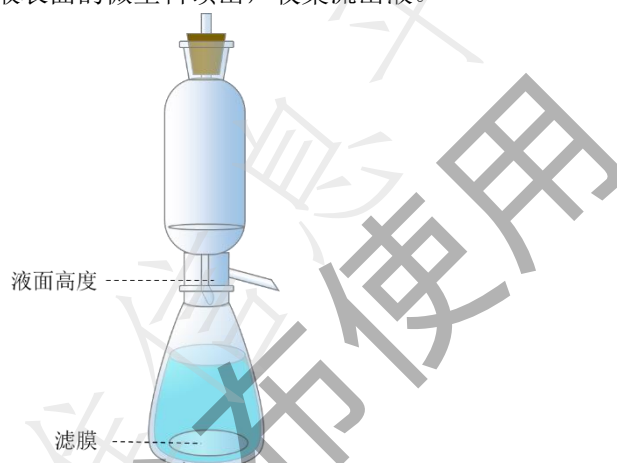


图 A.1 浮选装置

A.3.1.3.5 微塑料收集

微塑料收集步骤如下：

- 1) 使用孔径为 5 μm 的不锈钢滤膜对 A.3.1.3.4 中收集的流出液进行过滤，并用超纯水反复冲洗，尽可能的去除微塑料颗粒表面和滤膜表面析出的 ZnCl_2 晶体；
- 2) 用不锈钢镊子将不锈钢滤膜取下放入培养皿中，盖上玻盖，自然风干，待测。

A.3.2 试验步骤

试验步骤如下：

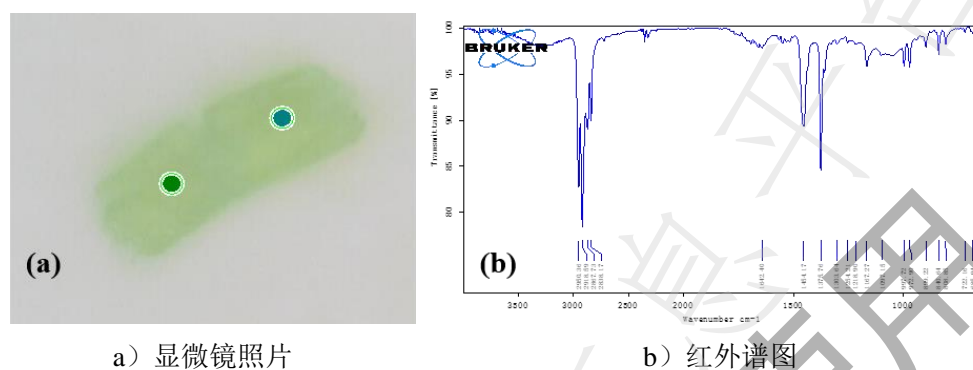
- 1) 将 A.3.1.3.5 收集到的滤膜上粒径 $> 1 \text{ mm}$ 的目标物用肉眼识别，人工分拣，待测；
- 2) $< 1 \text{ mm}$ 的目标物借助显微镜进行识别和分拣；
- 3) 观察各类目标物外观、分布及形态等特征，使用不锈钢镊子或针灸针调整目标物位置，确保目标物单分散，对各目标物逐一编号，记为 $S_{1-1} \sim S_{1-n}$ ，并记录目标物的尺寸、颜色和形状，以每个目标物最长边的长度确定粒径尺寸；
- 4) 使用傅里叶变换显微红外光谱仪的 ATR 模式进行测试。将滤膜放到样品台上，把样品移至光路中聚焦至，在目镜和显示器上清晰地看到滤膜上的目标物 (S_{1-n})，拍摄目标物的可见光图像，在目标物的可见光图像中选取目标物中心作为测试点，附件晶体与该目标物接触，进行红外光谱采集，得该目标物的红外光谱图。

A.4 结果分析与计算

A.4.1 聚合物种类的判定

将滤膜上目标物 (S_{1-n}) 的红外光谱图与标准谱图联机检索对照，结合红外光谱图与标准谱图的匹配度的检索结果和红外光谱解析结果进行判定分析。具体示例如下：

1) 图 A.2 a) 所示的为测试目标物的显微镜照片和图 A.2 b) 红外谱图, 将目标物的红外光谱图在 OMINIC 数据库中进行检索, 匹配结果为聚丙烯, 匹配度为 96.53%, 匹配度 > 80%, 判定此目标物为聚丙烯微塑料;

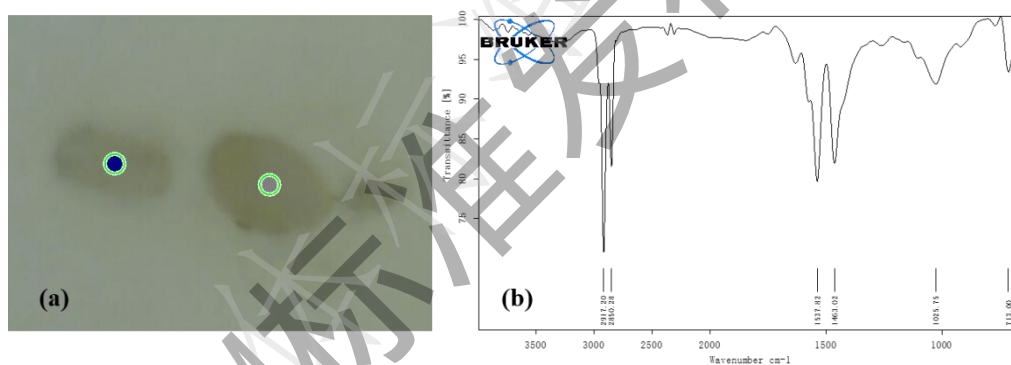


a) 显微镜照片

b) 红外谱图

图 A.2 聚丙烯微塑料显微镜照片和红外谱图

2) 图 A.3 a) 所示的为测试目标物的显微镜照片和图 A.3 b) 红外谱图, 将目标物的红外光谱图在 OMINIC 数据库中进行检索, 匹配为低密度聚乙烯, 匹配度为 66.1%。匹配度 < 80% 且 > 50%, 进一步分析红外谱图中特征峰的位置、数量、形状及其相对强度, 与不同种类聚合物的红外光谱特征谱带 (见附录 B) 进行比对, 在 1467、725cm⁻¹ 处具有聚乙烯的特征峰, 说明此目标物为低密度聚乙烯微塑料。



a) 显微镜照片

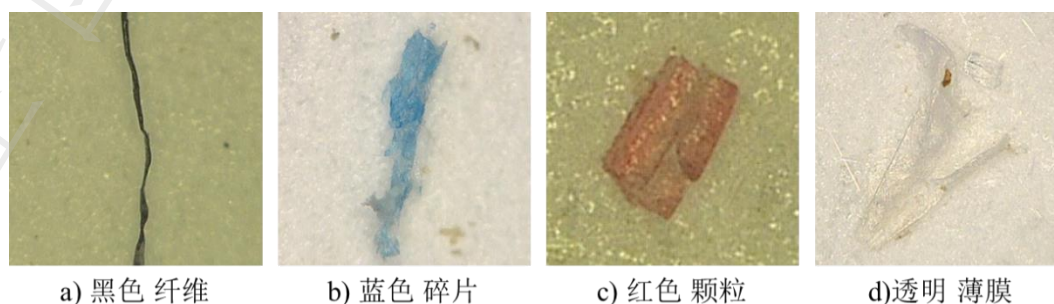
b) 红外谱图

图 A.3 聚乙烯微塑料显微镜照片和红外谱图

A. 4. 2 微塑料数量分析

在全程序空白样品 W_0 和实验室空白样品 L_0 中未检测到微塑料。

统计地下水样品 (S_1) 中确认为塑料成分的目标物的数量 (N), 将微塑料颜色、大小、形状、聚合物种类和数量结果记录于表 A.1 中。微塑料典型形状如图 A.4 所示。



a) 黑色纤维

b) 蓝色碎片

c) 红色颗粒

d) 透明薄膜

图 A.4 微塑料典型形状

A.4.3 微塑料丰度计算

按公式 (A.1) 计算采水样品微塑料丰度, 将结果记录于表 A.1 中:

$$A = \frac{N}{V} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

A——地下水体中微塑料的丰度, 单位为个每升 (个/L);

N——微塑料的数量, 单位为个;

V——过滤地下水的总体积, 单位为升 (L)。

附录 B

(资料性)

常见聚合物的红外谱带位置

B.1 不同种类聚合物最强谱带分区见表 B.1。

表 B.1 不同种类聚合物最强谱带分区

序号	分类	最强谱带区域/cm ⁻¹					
		I 区	II 区	III 区	IV 区	V 区	VI 区
1	聚酯类、聚羧酸类、 聚酰亚胺	1800-1700	—	—	—	—	—
2	聚酰胺类、聚脲	—	1700-1500	—	—	—	—
3	饱和聚烃类、有极性 基团取代的聚烃类	—	—	1500-1300	—	—	—
4	芳香族聚醚类、聚砜 类和一些含氯的聚合 物	—	—	—	1300-1200	—	—
5	脂肪族聚醚类、醇类 和含硅、含氟的聚合 物	—	—	—	—	1200-1000	—
6	含有取代苯、不饱和 双键和一些含氯的聚 合物	—	—	—	—	—	1000-600

B.2 常见聚合物红外谱带位置见表 B.2。未列入的聚合物红外谱图分析见参考文献。

表 B.2 常见聚合物红外谱带位置

序号	聚合物名称	谱带位置/cm ⁻¹	
		最强谱带	特征谱带
1	聚乙烯	1470	731 720
2	聚丙烯	1376	1304 1166 998 841
3	聚苯乙烯	760 700	3100 3080 3060 3022 3000
4	聚对-甲基苯乙烯	815	720
5	聚甲基丙烯酸甲(乙)酯	1730 (1725)	1268 1240 1180 (1190) 1150
6	聚氯乙烯	1250	1420 1330 600-700

7	氯化聚乙烯	670	1266 790 760
8	聚四氟乙烯	1250~1100	770 638 554
9	聚三氟氯乙烯	1198 1130	1285 970 657
10	聚乙烯醇	3500~3000	3000~2800 1440 1100
11	聚乙酸乙烯酯	1740	1375 1240 1020
12	聚 1,2-丁二烯	909	1650 993 700
13	天然橡胶	1450	835
14	氯丁橡胶	1440	1670 1100 820
15	聚酰胺	1640	3300 3090 1550
16	聚甲醛	935 900	1240 1100
17	聚酯型聚氨酯	1735	1540
18	酚醛树脂	1240	3300 1610 1590 1510 815
19	双酚-A 型环氧树脂	1250	2980 1604 1510 1300 1188 830
20	脲醛树脂	1640	1530 1270 1040 655
21	聚酰亚胺	1725	1780
22	聚对苯二甲酸乙二醇酯	1730	1265 1100 1020 730
23	聚碳酸酯	1240	1780 1190 1165 830
24	硝化纤维素	1285	1660 1075 845
25	聚醚型聚氨酯	1100	1730 1690 1540

B.3 定性判别方法见表 B.3。

表 B.3 定性判别方法

匹配度/%	红外光谱解析		定性结果
≥ 80	—		匹配结果可信
> 50, < 80	出现匹配结果中聚合物部分特征谱带, 对红外谱图进行解析, 对聚合物进行鉴定后确认的聚合物种类	与匹配结果一致	匹配结果可信
		与匹配结果不一致	匹配结果无效, 以滤膜上的目标物谱图特征峰鉴定结果为准
< 50	对红外谱图进行解析, 对聚合物进行鉴定后确认聚合物种类		以滤膜上的目标物谱图特征峰鉴定结果为准

附录 D

(资料性)

起草单位和主要起草人

本文件起草单位：北京市科学技术研究院分析测试研究所（北京市理化分析测试中心）、中国计量科学研究院、北京化工大学、中国疾病预防控制中心环境与健康相关产品安全所、中国环境科学研究院、海南大学、中国水利水电科学研究院、中国检验检疫科学研究院、国家食品安全风险评估中心、广州质量监督检测研究院、北京市农林科学院、布鲁克（北京）科技有限公司、安捷伦科技（中国）有限公司。

本文件主要起草人：杨明、高峡、汤庆峰、王佳敏、邵鹏、魏炜、刘艳、王欣欣、元学奎、任玲玲、贾志立、杜振霞、张岚、邢方潇、安立会、王慢想、赵振东、周雪晴、高博、徐东昱、席广成、许秀丽、谢昀、隋海霞、何国山、余巧玲、王万卷、徐笠、徐媛、张晓丹。

参考文献

- [1] GB/T 2035-2008 塑料术语及其定义
- [2] GB/T 14666-2003 分析化学术语
- [3] GB/T 15608-2006 中国颜色体系
- [4] GB/T 37370-2019 中国常见色色名和色度特性
- [5] 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
- [6] 朱善农. 高分子材料的剖析[M]. 北京: 科学出版社, 1988.
- [7] 沈德言. 红外光谱法在分子研究中的应用[M]. 北京: 科学出版社, 1982.
- [8] 薛奇. 高分子结构研究中的光谱方法[M]. 北京: 高等教育出版社, 1995.
- [9] 冯计民. 红外光谱在微量物证分析中的应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2010.
- [10] 吴瑾光. 近代傅里叶变换红外光谱技术及应用[M]. 北京: 科学技术文献出版社, 1996.