ICS

T/GXDSL

才

体

标

准

T/GXDSL 022—2025

微溶性水质塑胶颗粒检测标准

Detection Standard for Slightly Soluble Water - soluble Plastic Particles

(征集稿)

2025 - 3 - 2 发布

2025 - 3 - 2 实施

目 次

前 言	III
一、范围	. 1
二、规范性引用文件	. 1
三、 术语和定义	. 1
(一) 微溶性塑胶颗粒	. 1
(二)检测限	. 2
四、技术要求	. 2
(一)外观	. 2
(二)粒径及粒径分布	. 2
(三)溶解度	. 2
(四)化学稳定性	. 2
(五)机械强度	. 3
(六)有害物质限量	. 3
五、抽样	. 3
(一)抽样方案	. 3
(二)抽样方法	. 3
六、试验方法	. 4
(一)外观检测	. 4
(二)粒径及粒径分布检测	. 4
(三)溶解度检测	. 4
(四)化学稳定性检测	. 5
(五)机械强度检测	. 5
(六)有害物质限量检测	. 5
七、检验规则	. 6
(一)检验分类	. 6
八、检测方法	. 6
(一)过滤称重法	. 6
(二)显微镜观察法	. 6
(三)光谱分析法	. 7
	I

九、米样要求7
(一)采样点设置7
(二)采样方法7
十、质量控制与数据处理8
(一)质量控制8
(二)仪器校准8
(三)数据处理8
十一、检测设备与试剂要求9
(一)检测设备9
(二)试剂9
十二、检测报告10
(一)报告内容10
(二)报告格式10
十三、附录
(一) 附录 A: 微溶性塑胶颗粒检测方法的详细步骤10
(二)附录 B: 检测仪器设备的校准方法11
(三)附录 C: 标准物质的使用说明11
(四)附录 D: 检测报告的示例11
十四、实施与监督11
(一)实施11
(二)监督11
十五、标准的修订与更新12
十六、附则

前 言

本文件依据GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广西产学研科学研究院提出。

本文件由广西电子商务企业联合会归口。

本文件起草单位: 广西产学研科学研究院、广西研科院高新技术有限公司。

本文件主要起草人: 庄文斌。

本文件为首次发布。

微溶性水质塑胶颗粒检测标准

一、范围

本标准规定了微溶性水质塑胶颗粒的检测方法、采样要求、质量控制与数据处理等方面的内容。本标准适用于各类水体中微溶性塑胶颗粒的检测,包括但不限于地表水、地下水、饮用水、废水等。

二、规范性引用文件

GB 33372-2020 微塑料颗粒检测方法标准化

SH/T 1541.1-2019 塑料颗粒外观试验方法 第1部分: 目测法

ISO 24187:2023 环境中微塑料分析原则标准

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12502 水质采样 样品的保存和管理技术规定

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

三、术语和定义

(一)微溶性塑胶颗粒

指在水中具有一定溶解度,但又不能完全溶解,以颗粒形式存在的塑料颗粒,其粒径通常在微米级别。

(二)检测限

指在特定的检测方法和条件下,能够可靠地检测出目标物质的最低浓度或最小量。

四、技术要求

(一) 外观

颗粒应色泽均匀,无明显杂质、异物、变形及团聚现象。表面应光滑,无明显裂纹、凹陷或凸起等缺陷。

(二)粒径及粒径分布

平均粒径: 应符合产品标称的粒径范围,其允许偏差为±[X]%。例如,标称平均粒径为 50 μm 的颗粒,实际平均粒径应在 47.5-52.5 μm 之间。

粒径分布: 粒径分布宽度应满足相关要求,如 D90-D10 (90%的颗粒粒径小于 D90, 10%的颗粒粒径 小于 D10)的值不得超过[X] μm, 以确保颗粒粒径的一致性和稳定性。

(三)溶解度

在[规定温度,如25℃]、[规定时间,如24h]的条件下,于去离子水中的溶解度应在[规定范围,如0.1-5%]之间。不同应用场景可能对溶解度有不同要求,如用于水净化的微溶性颗粒,溶解度可能要求较低,以避免对净化效果产生负面影响;而用于某些特殊水处理药剂的颗粒,溶解度则需在特定范围内以保证药效的释放。

(四)化学稳定性

经过[规定的化学稳定性测试条件,如在特定酸碱溶液中浸泡一定时间]后,微溶性水质塑胶颗粒不应发生分解、变色、变形等明显变化,其化学组成和性能应保持相对稳定。例如,在 pH 值为 3-11 的溶液中浸泡 48h 后,颗粒的质量损失率不得超过[X]%,以确保在不同水质条件下的使用安全性。

(五)机械强度

微溶性水质塑胶颗粒应具有一定的机械强度,以抵抗在生产、运输、储存和使用过程中的外力作用,避免出现破碎、粉化等现象。通过[规定的机械强度测试方法,如抗压强度测试、抗冲击强度测试],颗粒的抗压强度应不低于[X]N,抗冲击强度应不低于[X]]/m²。

(六)有害物质限量

微溶性水质塑胶颗粒中铅、汞、镉、六价铬、多溴联苯(PBB)、多溴二苯醚(PBDE)等有害物质的含量应符合国家相关环保标准的限量要求,以防止对水环境和生态系统造成污染。例如,铅含量不得超过 100mg/kg,汞含量不得超过 5mg/kg 等。

五、抽样

(一)抽样方案

按照 GB/T 2828.1《计数抽样检验程序 第1部分:按接收质量限(AQL)检索的逐批检验抽样计划》进行抽样。根据产品批量大小确定抽样数量,一般情况下,批量在100-500件时,抽样数量为13件;批量在501-1200件时,抽样数量为20件等。

(二)抽样方法

从整批产品中随机抽取样品,确保所抽取的样品具有代表性。对于包装产品,可从不同位置的包装单元中抽取适量的颗粒;对于散装产品,可采用多点采样的方式,将采集的样品充分混合后,缩分至所

需的检验样品量。

六、试验方法

(一)外观检测

在自然光或等效自然光下,用肉眼直接观察微溶性水质塑胶颗粒的外观,检查是否存在杂质、异物、变形、团聚等缺陷,并记录结果。

(二)粒径及粒径分布检测

激光粒度分析仪法:将适量的微溶性水质塑胶颗粒分散在合适的分散介质(如去离子水,添加适量分散剂以确保颗粒均匀分散)中,充分搅拌均匀后,采用激光粒度分析仪进行测量。根据仪器测量结果,计算平均粒径、D90、D10等参数,并绘制粒径分布曲线。

筛分法(适用于较大粒径颗粒):选用一套不同孔径的标准筛网,按照孔径从大到小的顺序依次叠放。将一定质量的微溶性水质塑胶颗粒置于最上层筛网,在振筛机上振动一定时间(如 15-20min),使颗粒通过筛网。分别称量各层筛网上截留的颗粒质量,计算不同粒径范围的颗粒质量百分比,从而得到粒径分布数据。

(三)溶解度检测

重量法: 准确称取一定质量(如 5g,精确至 0.0001g)的微溶性水质塑胶颗粒,放入已知质量的玻璃容器中,加入一定体积(如 500mL)的去离子水。将容器密封后,置于恒温振荡器中,在[规定温度,如 25°C]下以一定振荡速度(如 150r/min)振荡[规定时间,如 24h]。振荡结束后,将溶液通过已恒重的滤纸过滤,收集滤渣。将滤渣在[规定温度,如 105°C]下烘干至恒重,称量滤渣质量。根据公式计算溶解度:溶解度(%)=(初始颗粒质量~滤渣质量)/初始颗粒质量×100%。

(四)化学稳定性检测

酸碱浸泡法:分别配制不同 pH 值(如 pH=3、pH=7、pH=11)的溶液,将适量的微溶性水质塑胶颗粒分别浸泡在这些溶液中,浸泡温度为[规定温度,如 25℃],浸泡时间为[规定时间,如 48h]。浸泡结束后,取出颗粒,用去离子水冲洗干净,观察颗粒的外观变化,如是否有分解、变色、变形等现象。同时,采用化学分析方法(如红外光谱分析、元素分析等)检测颗粒化学组成的变化。

(五)机械强度检测

抗压强度测试:使用万能材料试验机,将单个微溶性水质塑胶颗粒放置在上下压板之间,以一定的加载速率(如 0.5mm/min)缓慢施加压力,直至颗粒破碎,记录颗粒破碎时的最大压力值,即为该颗粒的抗压强度。每个样品测试[规定次数,如 10 次],取平均值作为该样品的抗压强度。

抗冲击强度测试:采用悬臂梁冲击试验机,将一定数量(如5个)的微溶性水质塑胶颗粒制成标准 试样(如尺寸为80mm×10mm×4mm的矩形样条),将试样安装在冲击试验机的夹具上,调整好冲击摆锤 的位置和能量。释放冲击摆锤,使摆锤冲击试样,记录试样断裂时所吸收的能量,计算平均抗冲击强度。

(六)有害物质限量检测

电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS): 用于检测微溶性水质塑胶颗粒中的铅、汞、镉、六价铬等重金属元素。将样品经过消解处理(如采用硝酸-氢氟酸-高氯酸混合酸消解体系)后,制备成溶液,采用 ICP-MS 进行测定。根据标准曲线计算样品中各重金属元素的含量。

气相色谱 - 质谱联用法(GC-MS): 用于检测多溴联苯(PBB)、多溴二苯醚(PBDE)等有害物质。将样品经过萃取(如采用正己烷-丙酮混合溶剂萃取)、净化(如通过硅胶柱、弗罗里硅土柱等进行净化)等前处理步骤后,采用 GC-MS 进行测定。根据保留时间和质谱图进行定性分析,根据标准曲线进行定量分析。

七、检验规则

(一)检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

出厂检验:每批产品出厂前,生产企业应进行出厂检验。出厂检验项目包括外观、粒径及粒径分布、溶解度等。经检验合格的产品,应附有产品质量检验合格证明。

型式检验:有下列情况之一时,应进行型式检验:新产品投产前;原材料、生产工艺、设备等发生重大变化时;正常生产时,每[规定时间,如一年]进行一次;国家质量监督机构提出要求时。型式检验项目包括本标准规定的全部技术要求项目。

八、检测方法

(一)过滤称重法

原理:通过特定孔径的滤膜过滤水样,将微溶性塑胶颗粒截留在滤膜上,然后通过称重滤膜的质量变化来计算颗粒的浓度。

步骤:

- 采集一定体积的水样,准确记录水样体积。
- 选择合适孔径的滤膜(如 0.45 µ m 或 0.7 µ m 等),将水样通过滤膜过滤。
- 用镊子小心取出滤膜,放入干燥的称量瓶中,置于干燥箱中干燥至恒重。
- 用天平准确称量滤膜的质量, 计算出微溶性塑胶颗粒的质量浓度。

适用范围:适用于粒径较大、浓度较高的微溶性塑胶颗粒检测。

(二)显微镜观察法

原理: 利用光学显微镜或电子显微镜观察水样中的微溶性塑胶颗粒的形态、大小和数量,通过图像分析软件进行统计和计算。

步骤:

- 采集水样后,进行适当的浓缩处理,如离心、过滤等。
- 将浓缩后的样品滴加在载玻片上,盖上盖玻片,放置在显微镜下观察。
- 调节显微镜的焦距和亮度,观察并拍摄微溶性塑胶颗粒的图像。
- 使用图像分析软件对图像进行处理和分析,统计颗粒的数量、大小和形状等参数。

适用范围:适用于粒径较小、形态特征明显的微溶性塑胶颗粒检测。

(三)光谱分析法

原理: 利用光谱仪器(如傅里叶变换红外光谱仪、拉曼光谱仪等)对水样中的微溶性塑胶颗粒进行 定性和定量分析,通过特征吸收峰或散射峰来识别和测定颗粒的种类和含量。

步骤:

- 采集水样后,进行预处理,如过滤、浓缩、干燥等。
- 将预处理后的样品置于光谱仪器的样品池中,进行光谱扫描。
- 分析光谱数据,根据特征吸收峰或散射峰的位置和强度,确定微溶性塑胶颗粒的种类和含量。

适用范围:适用于对微溶性塑胶颗粒的化学组成和结构进行分析,可实现定性和定量检测。

九、采样要求

(一) 采样点设置

根据水体的类型、分布和污染状况,合理设置采样点。对于地表水,应在河流、湖泊、水库等不同 区域设置采样点;对于地下水,应在不同的井位设置采样点;对于饮用水,应在水源地、水厂、管网等 不同环节设置采样点;对于废水,应在排放口、处理设施等不同位置设置采样点。

(二)采样方法

水样采集:使用专用的采样器具采集水样,确保采样器具的清洁和无污染。对于地表水和地下水,可采用垂直采样法或水平采样法;对于饮用水和废水,可采用瞬时采样法或混合采样法。

样品保存: 采集的水样应尽快进行检测,如不能及时检测,应采取适当的保存措施,如冷藏、避光等,以防止样品中的微溶性塑胶颗粒发生变化。

十、质量控制与数据处理

(一)质量控制

空白试验: 在每次检测前,应进行空白试验,以确定检测方法的空白值,确保检测结果的准确性。 **平行样测定:** 对于每个水样,应至少进行两次平行样测定,计算平行样的相对偏差,确保检测结果的精密度。

加标回收率测定: 定期进行加标回收率测定,以评估检测方法的准确性和可靠性,加标回收率应在 80%~120%之间。

(二)仪器校准

定期对检测仪器进行校准,确保仪器的准确性和稳定性。校准周期应根据仪器的使用频率和性能要求确定,一般不超过一年。校准方法应按照仪器制造商提供的操作手册进行,或采用国家认可的校准方法。

(三)数据处理

数据记录: 检测过程中应详细记录所有相关数据,包括样品信息、检测方法、仪器参数、环境条件等。数据记录应准确、清晰、完整,便于追溯和分析。

数据计算:根据检测方法和仪器读数,计算微溶性塑胶颗粒的浓度、数量、粒径分布等参数。计算公式应明确,计算过程应详细记录。

数据审核:检测数据应经过严格的审核程序,确保数据的准确性和可靠性。审核人员应具备相应的专业知识和经验,对数据进行认真审查和核实。

数据报告: 检测结果应以正式的检测报告形式呈现,报告内容应包括样品信息、检测方法、检测结果、质量控制情况等。报告格式应规范,数据应清晰明了,结论应准确可靠。

十一、检测设备与试剂要求

(一)检测设备

过滤装置:包括真空过滤器、滤膜夹等,用于过滤水样,截留微溶性塑胶颗粒。过滤装置应具有良好的密封性和稳定性,滤膜夹应与滤膜匹配,确保过滤效果。

显微镜: 光学显微镜或电子显微镜,用于观察和分析微溶性塑胶颗粒的形态、大小和数量。显微镜 应具有高分辨率和良好的成像质量,配备相应的图像分析软件。

光谱仪器:如傅里叶变换红外光谱仪、拉曼光谱仪等,用于对微溶性塑胶颗粒进行定性和定量分析。 光谱仪器应具有高灵敏度和高精度,能够准确检测目标物质的特征光谱。

天平: 用于称量滤膜的质量, 天平应具有高精度和稳定性, 量程应满足检测要求。

干燥箱: 用于干燥滤膜和样品,干燥箱应具有良好的温度控制和均匀性,确保样品的干燥效果。

(二)试剂

滤膜:选择合适孔径的滤膜,如 0.45 µm 或 0.7 µm 等,滤膜应具有良好的化学稳定性和机械强度,能够承受一定的压力和流量。

溶剂: 如甲醇、乙醇等,用于清洗和处理样品,溶剂应为高纯度试剂,无杂质和干扰物质。

标准物质:用于校准仪器和验证检测方法的准确性,标准物质应为有证标准物质,具有明确的浓度和特性。

十二、检测报告

(一)报告内容

样品信息:包括样品名称、采样地点、采样时间、样品编号等。

检测方法: 说明所采用的检测方法,包括方法名称、原理、步骤等。

检测结果:列出微溶性塑胶颗粒的浓度、数量、粒径分布等参数,以及相应的单位和数值。

质量控制:描述检测过程中的质量控制措施,如空白试验、平行样测定、加标回收率测定等,以及相应的结果和评价。

结论: 根据检测结果,对水样中微溶性塑胶颗粒的污染状况进行评价,提出相应的建议和措施。

(二)报告格式

封面: 包括标准名称、报告编号、检测单位名称、报告日期等。

目录: 列出报告的主要内容和页码。

正文:按照上述报告内容的顺序编写,内容应简洁明了,数据应准确可靠。

附录:包括检测方法的详细步骤、仪器设备的校准证书、标准物质的证书等。

签字盖章: 报告应由检测人员、审核人员签字,并加盖检测单位的公章。

十三、附录

(一) 附录 A: 微溶性塑胶颗粒检测方法的详细步骤

详细描述过滤称重法、显微镜观察法、光谱分析法等检测方法的具体操作步骤,包括仪器设备的准备、试剂的配制、样品的处理、检测过程的控制等。

(二) 附录 B: 检测仪器设备的校准方法

说明过滤装置、显微镜、光谱仪器、天平等检测仪器设备的校准方法,包括校准周期、校准标准、 校准步骤、校准结果的判断等。

(三) 附录 C: 标准物质的使用说明

介绍标准物质的选择、购买、保存、使用等注意事项,确保标准物质的准确性和可靠性。

(四) 附录 D: 检测报告的示例

提供一份完整的微溶性塑胶颗粒检测报告的示例,包括封面、目录、正文、附录等内容,供检测单位参考和使用。

十四、实施与监督

(一) 实施

本标准自发布之日起实施, 检测单位应按照本标准的要求开展微溶性塑胶颗粒的检测工作, 确保检测结果的准确性和可靠性。

(二)监督

相关主管部门应加强对检测单位的监督管理,定期对检测单位的检测工作进行检查和评估,确保检测单位严格遵守本标准的要求。对违反本标准规定的检测单位,应依法予以处理。

十五、标准的修订与更新

本标准将根据科学技术的发展和实际应用的需要,适时进行修订和更新。检测单位应及时关注本标准的修订和更新情况,确保检测工作的科学性和有效性。

十六、附则

本标准的解释权归相关主管部门所有。本标准的条款如与国家法律法规相抵触,以国家法律法规为准。

以上内容仅供参考,您可根据实际需求进行调整和完善。

12