

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ □ □ □ −202 □

海洋微塑料监测技术规范

Technical specifications for marine microplastics monitoring

(征求意见稿)

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

目 次

前	Î	言			ii
1	适用	范围			1
2	规范	性引用	月文件		1
3	术语	和定义	۷		1
4	点位	布设			2
5	样品	采集			
6	样品	保存、	运输与交	妾	7
7	监测	指标。	与分析方法		8
					8
					10
					塑料采样器示意图12
					15
					······································

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国海洋环境保护法》,防治生态环境污染,改善生态环境质量,规范海洋环境中微塑料监测,制定本标准。

本标准规定了海洋环境中微塑料监测的点位布设、样品采集、样品保存、运输与交接、监测指标与分析方法、质量保证与质量控制、数据与报告等技术内容。

本标准的附录A、附录B、附录C均为资料性附录。

本标准为首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位: 国家海洋环境监测中心、华东师范大学。

本标准生态环境部202□年□□月□□日批准。

本标准自202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

海洋微塑料监测技术规范

1 适用范围

本标准规定了海洋环境中微塑料监测的点位布设、样品采集、样品保存、运输与交接、监测指标与分析方法、质量保证与质量控制、数据与报告等技术内容。

本标准适用于表层海水、海滩沉积物、海底沉积物、海洋生物体微塑料的监测。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用标准,仅注日期的版本适用于本标准。 凡是未注日期的引用标准,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。其他文件被新文件废止、 修改、修订的,新文件适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分: 样品采集、贮存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第 5 部分: 沉积物分析

GB/T 12763.2 海洋调查规范 第 2 部分:海洋水文观测

GB/T 15608 中国颜色体系

HJ 442.4 近岸海域环境监测技术规范 第四部分 近岸海域沉积物监测

HJ 442.5 近岸海域环境监测技术规范 第五部分 近岸海域生物质量监测

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3. 1

微塑料 microplastic

尺寸小于 5 mm 的塑料。

注:海洋微塑料的监测尺寸下限根据分析方法确定。

3. 2

微塑料丰度 microplastic abundance

单位体积或单位质量的环境介质中微塑料的数量,一般以每立方米海水和每千克沉积物(干重)中微塑料的数量表示,海洋生物体中一般以个体或每克生物体中微塑料的数量表示。

注 1: 若分析方法中有要求则按分析方法规定执行。

注 2: 沉积物含水率的测定按照 GB 17378.5 规定执行。

3.3

微塑料质量浓度 microplastic mass concentration

单位体积或单位质量的环境介质中微塑料的质量,一般以每立方米海水和每千克沉积物(干重)中微塑料的毫克数表示,海洋生物体中一般以个体或每克生物体中微塑料的毫克数表示。

注: 若分析方法中有要求则按分析方法规定执行。

3.4

监测断面 monitoring transect

为掌握监测区域或特定环境介质微塑料的污染特征,沿特定方向或路径设置的若干监测点位所形成的线或面。

4 点位布设

4.1 布设原则

- 4.1.1 整体布局上能反映监测海域或区域的环境质量状况和微塑料分布特征。
- 4.1.2 监测点位的选择需要综合考虑微塑料的潜在来源、水文动力特征及气象条件等因素。
- **4.1.3** 尽量考虑点位在地理分布上的均匀性,并尽量避开特征区划(如生态类型、污染分布、水文特征等)的系统边界。
- **4.1.4** 监测点位位置确定后原则上应保持不变,如确需变更,应保证变更后的点位仍能反映原监测区域的环境质量状况和微塑料分布特征。
- **4.1.5** 海水点位、沉积物点位和海洋生物点位布设优先考虑与其他海洋生态环境监测任务同步开展。可在海洋生态环境质量监测点位基础上,根据实际管理需求选取点位。
- 4.1.6 监测点位的位置和数量应根据监测目的、区域经济水平、技术水平和实际采样条件等确定。

4.2 布设方法

4.2.1 近岸海域

一般情况下,近岸海域微塑料监测断面应与海岸线垂直设置,每隔 20 km 布设 1 个监测断面,也可根据实际情况适当调整断面间隔。每个断面至少布设 3 个点位,在重要河口海湾、港口码头、海水养殖区等区域可适当增加监测点位数量(示意图见附录 A 图 A.1),应尽量避免在航道等影响采样作业安全的区域布设点位。

入海河口区的监测断面应沿径流扩散方向布设,根据地形特征布设至少1个监测断面,每个断面布设3个点位,点位间最大距离不超过20 km (示意图见附录A图A.2)。

4.2.2 近海海域

近海海域微塑料监测断面应与海岸线垂直设置,一般情况下每隔 50 km~100 km 布设 1 个监测断面,也可根据实际情况适当调整断面间隔。断面上的监测点位均匀布设,点位间距一般为 50 km,也可根据实际情况适当增加或减少点位数量(示意图见附录 A 图 A.3)。

4.2.3 海滩

在海滩上垂直于海岸线设置监测断面,监测断面长度为100 m,宽度为低潮线至靠近天然或人工 屏障处。每个海滩至少设置1个断面,海岸线长度大于5 km的海滩或受塑料污染影响严重的海滩,可 视情况适当增加监测断面数量,原则上相邻监测断面至少间隔50 m。

在每个监测断面的低潮线、高潮线和靠近天然或人工屏障处,各均匀布设3个监测点位,共9个点位(示意图见附录A图A.4)。

注: 高潮线与天然或人工屏障处间距小于5m时,共布设6个点位(示意图见附录A图A.5)。

5 样品采集

5.1 采样频次

5.1.1 确定原则

根据海洋生态环境管理需求和监测目的,结合监测区域水文气象条件对微塑料分布影响等实际情况,力求以最低的采样频次,取得最具有代表性的样品,既要满足反映环境状况的要求,又要切实可行。

5.1.2 采样频次与采样时间

- 5.1.2.1 表层海水样品采样频次一般为每年1次,采样时间一般为7~8月;若表层海水微塑料随季节分布变化特征显著,采样频次可为每季度1次,采样时间一般为1~2月(冬季结冰海域除外)、4~5月、7~8月和10~11月。河口区亦可按雨季和旱季采集样品,监测时间根据各区域实际情况确定。
- 5. 1. 2. 2 海滩沉积物样品采样频次一般为每年 1 次,采样时间一般为 7~8 月;若海滩沉积物微塑料随季节分布变化特征显著,采样频次可为每季度 1 次,采样时间一般为 1~2 月、4~5 月、7~8 月和 10~11 月。
- 5.1.2.3 海底沉积物样品采样频次一般为每5年1次,采样时间一般为7~8月,重要河口海湾、港口码头、海水养殖区等区域可适当增加监测频次。
- 5. 1. 2. 4 海洋生物样品采样频次一般为每年 1 次。采样时间一般为 7~8 月或贝类成熟期,鱼类采样时间一般为捕捞期;不同年份的采样时间应保持一致。其他海洋生物样品可根据其生长周期等情况确定采样频次和时间。

5.2 采样器材

- 5.2.1 表层水体微塑料采样器:由牵引绳、金属框、网衣、网底管组成。常见类型有纽斯顿网、曼塔网、双体船采样器等(详见附录 A 图 A.6~A.8)。
 - a) 牵引绳:钢丝绳等非塑料材质。
 - b) 金属框(含采样口): 矩形,用于固定网衣,两边固定浮体,同时配合重锤,保持金属框在水面呈垂直状态,并浸没在水中一定深度。采样口宽度一般为 0.5 m~1.0 m、高度为 0.5 m(有醒目刻度标识,可每 0.1 m 进行标注)。
 - c) 网口流量计:水平拖网使用,计数器显示不少于 4 位,固定在表层水体微塑料采样器采样口中间位置,每航次使用前对转子常数进行标定,方法如下:

将网口流量计安装在不带网衣的金属框上,将金属框释放到水下一定深度(10 m 或 30 m),以 0.5 m/s 左右的速度从水下垂直拖拽至水体表层,记录网口流量计的起始读数和终止读数,计算网口流量计拖拽距离与其起始读数和终止读数差值的比值(即转子常数)。如此反复 5 次~10 次,计算转子常数的平均值,为该网口流量计转子常数的标定值,此值至少保留 2 位有效数字。

网口流量计转子常数的标定值由公式(1)计算。

$$R_c = \frac{\sum_{1}^{n} R_{ci}}{n} \tag{1}$$

$$R_{ci} = \frac{l_0}{b_i - a_i} \tag{2}$$

式中:

 R_c ——网口流量计转子常数的标定值, m;

n——拖拽次数;

 R_{ci} ——第 i 次拖拽网口流量计的转子常数, m;

l₀——网口流量计被拖拽的距离;

 a_i ——第 i 次拖拽网口流量计的起始读数;

bi——第 i 次拖拽网口流量计的终止读数。

- d) 网衣:圆锥形网衣,由蚕丝等非塑料材质或环境中较少出现的塑料材质制成,长度为2m~3 m,孔径为0.33 mm。
- e) 网底管:连接在网衣末端,材质一般为不锈钢,内置滤网孔径为 0.33 mm。
- 5.2.2 沉积物采样器:一般为金属材质,最小采样量 800 g,可使用掘式(抓式)采泥器、箱式采泥器等。
- 5.2.3 冲水设备:由水泵、水管组成,或具有相关功能的设备。设备启用前应先进行冲洗,放出至少5L现场海水至废液桶。
- 5. 2. 4 采样框: 非塑料材质, 边长 25 cm×25 cm, 高 5 cm。
- 5.2.5 铲子或勺子: 非塑料材质。
- 5.2.6 海水样品瓶: 1 L 广口玻璃瓶。
- 5.2.7 沉积物样品容器: 金属材质,不小于1L(带盖)。
- 5.2.8 托盘: 非塑料材质, 容积不小于 40 cm×30 cm×3 cm。
- 5.2.9 其他用品:铝箔纸、密封袋等。
- 5.3 样品采集
- 5.3.1 表层海水样品采集
- 5.3.1.1 采样
- 5.3.1.1.1 选择3级以下海况进行采样,海况等级按GB/T12763.2进行观测和记录。
- 5. 3. 1. 1. 2 组装表层水体微塑料采样器(5.2.1),检查表层水体微塑料采样器是否正常、网衣是否有破损,选择在船尾尾流扰动区外和船舶非排水一侧预备采样。

- 5.3.1.1.3 到达监测点位后停船,打开网底管,吊起表层水体微塑料采样器,使用冲水设备(5.2.3)抽取现场海水,自上而下反复冲洗网衣外表面至少3次后,关闭网底管,记录网口流量计的起始读数 (a)。
 - 注 1: 尽量日间开展采样,避免夜间浮游动物活动堵塞网衣。
 - **注 2**: 若在监测海域发现溢油、赤潮、大型藻聚集、水母旺发等情况,应停止采样,在确保监测区域有足够数量的 代表性点位时可考虑取消该点位,或在邻近区域增加点位进行补测,并记录相关情况。
 - 注 3: 冲洗网衣过程中切勿使海水进入采样口。
- 5.3.1.1.4 下放表层水体微塑料采样器,具体操作如下:
 - a) 将表层水体微塑料采样器吊出船舷外;
 - b) 以不超过 1 m/s 的速度将表层水体微塑料采样器缓慢下放至海面,呈自然漂浮状态,保持采样口与水面垂直;
 - c) 通过调节牵引绳(5.2.1 a)长度调整浮体姿态,确保表层水体微塑料采样器的采样口浸没 1/2 以上,并保持网口流量计浸没在水面以下,同时避免采样口完全浸没,必要时可调整重锤数量。
- 5. 3. 1. 1. 5 采样开始时,记录起始时间及经纬度,采样过程中观察水面与采样口高度标识的位置,记录采样口的平均浸没高度。采样过程应满足以下条件:
 - ——船舶行驶速度为1节~3节(0.51 m/s~1.54 m/s);
 - ——采样时长一般为10 min~20 min,应确保采样体积不小于100 m³;
 - ——当网衣被漂浮藻类等堵塞,采样口出现溢流时,应立即结束拖网,更换网衣后,继续进行采样,确保总采样体积不小于100 m³。
- 5.3.1.1.6 采样结束时,记录结束时间及经纬度,同时进行如下操作:
 - a) 船舶减速;
 - b) 缓慢起网,速度不超过1 m/s,直至表层水体微塑料采样器完全吊起。
- 5.3.1.1.7 按照如下步骤收集样品:
 - a) 在表层水体微塑料采样器完全吊起状态下,使用冲水设备(5.2.3)抽取现场海水,自上而下 反复冲洗网衣外表面至少3次,使网衣内壁的附着物汇聚到网底管;
 - b) 将表层水体微塑料采样器收回到甲板上,记录网口流量计的终止读数(b):
 - c) 用纯水反复多次冲洗网底管,将网底管内的截留物全部转移至海水样品瓶(5.2.6),旋紧瓶盖,贴好标签。

采样体积由公式(3)计算。

$$V = (b - a) \times R_{c} \times w \times h \tag{3}$$

式中:

V——表层海水的采样体积, m^3 ;

a——网口流量计的起始读数;

b——网口流量计的终止读数;

 R_c ——网口流量计转子常数的标定值, m_i

w——采样口宽度,m;

h——采样口浸没高度,m。

5.3.1.2 全程序空白

采样开始前,按照 5.3.1.1.3 的规定使用冲水设备(5.2.3)抽取现场海水,对洁净网衣的外表面进行冲洗,再按照 5.3.1.1.7 的规定使用现场海水自上而下反复冲洗至少 3 次,采集全程序空白样品,与样品以相同方法进行储存、运输及分析处理。

5.3.1.3 对照样品采集

应对船舶甲板或船体的油漆碎屑、缓冲材料、涉及含塑料材质设备的塑料部分等进行收集,每种不少于3个颗粒,按照与样品相同的分析方法进行测定,以判断样品是否受到背景污染。

5.3.2 海滩沉积物样品采集

5.3.2.1 采样

在选定的监测点位上,将采样框(5.2.4)压入海滩沉积物表层至 5 cm 深处,挑出采样框内的大块石子等,用铲子或勺子(5.2.5)将框内沉积物混匀,取 1200 g 左右(约 1/4 框)沉积物样品至托盘中(5.2.8),用铝箔纸覆盖。

将同一个监测断面低潮线处 3 个点位的沉积物采集至同一个托盘中并混匀,取不少于 1/4 体积的 沉积物(不少于 900 g)于沉积物样品容器(5.2.7)中,得到该断面低潮线的海滩沉积物样品。

同一个监测断面高潮线处、靠近天然或人工屏障处的海滩沉积物样品按照相同方法采集。

5.3.2.2 全程序空白

采集海滩沉积物样品时,将一个空沉积物样品容器(5.2.7)盖子打开并置于采样区旁,海滩沉积 物样品采集完成后,盖上该空沉积物样品容器的盖子,得到全程序空白样,按照与样品相同的步骤进 行储存、运输及分析。

5.3.3 海底沉积物样品采集

5.3.3.1 采样

- 5.3.3.1.1 测量并记录监测点位水深。
- 5.3.3.1.2 用冲水设备(5.2.3)抽取现场海水冲洗沉积物采样器(5.2.2)。
- 5. 3. 3. 1. 3 将绞车的钢丝绳与沉积物采样器连接,检查是否牢固,按 GB 17378.3 或 HJ 442.4 的相关要求采集海底表层沉积物。
- 5. 3. 3. 1. 4 慢速开动绞车将沉积物采样器放入水中,稳定后,常速下放至离海底 3 m~5 m 处,再全速降至海底,此时应将钢丝绳适当放长。
- 5. 3. 3. 1. 5 慢速提升沉积物采样器离底后,快速提至水面,再行减速,当采样器高过船舷时,停车,将其缓慢降至甲板或接样板上。
- 5. 3. 3. 1. 6 打开沉积物采样器检查沉积物采样量情况,若因提升过程中受海水冲刷,致使沉积物流失过多或因沉积物太软、采泥器下降过猛,导致采样无效,均应重新采集。
- 5. 3. 3. 1. 7 同一点位重复采集至少 2 次,每次采样后将沉积物置于托盘(5.2.8)内,使用铲子或勺子(5.2.5)收集表层 5 cm 内的海底沉积物(约 $400~\rm g$)于沉积物样品容器(5.2.7)中,混合成复合样品,总采样量不少于 $800~\rm g$ 。
- 5.3.3.1.8 样品采集完毕,弃出采泥器中的残留沉积物,用冲水设备抽取现场海水冲洗干净,备用。

5.3.3.2 全程序空白

与 5.3.3.1.7 同步操作,将一个空沉积物样品容器(5.2.7)盖子打开并置于采样区旁,海底沉积物样品采集完成后,盖上该空沉积物样品容器的盖子,得到全程序空白样,按照与样品相同的步骤进行储存、运输及分析。

5.3.4 海洋生物样品采集

5. 3. 4. 1 海洋生物种类选择

海洋生物种类选择按 GB 17378.3 和 HJ 442.5 相关要求执行。应优先选择监测区域内具有代表性的 贝类生物作为监测对象,监测种类的优先选择顺序为贻贝、牡蛎和蛤仔等,对其软组织进行分析。

根据实际监测需求,可开展鱼类消化道和鳃内微塑料监测。优先选择鱼类为在我国沿海广泛分布的斑鰶属,其次可选择本地其他代表性鱼类;如开展特定区域监测,可根据实际监测目的,开展其他本地种监测,并应记录选择鱼类的栖息水层(中上层、中下层和底层)。

5.3.4.2 海洋生物样品采集

海洋生物样品采集按 GB 17378.3 相关要求执行。海洋生物样品来源主要包括底栖拖网捕捞、近岸 定点养殖采样、渔船捕捞、沿岸海域定置网捕捞及垂钓、市场直接购买等。样品来源海域必须明确。

每个点位同一物种采集不少于 10 个,且应尽量具有相近的年龄、大小和重量。一般应在成熟期采样,样品量应满足样品分析要求。样品采集后置于非塑料容器中或用铝箔纸包裹后置于密封袋内。

6 样品保存、运输与交接

6.1 样品保存

- 6.1.1 海水样品于4℃以下冷藏避光保存,时间一般不超过3个月。
- 6.1.2 海滩沉积物和海底沉积物样品于4℃以下冷藏避光保存,时间一般不超过3个月。
- 6.1.3 海洋生物样品可于 4℃以下短期冷藏避光保存,应在发生变质前及时进行处理。
- 6.1.4 若分析方法中有具体要求则按分析方法中的相关要求执行。

6.2 样品运输

样品装箱时应用减震材料分隔固定,以防破损。同时防止沾污,保持低温(4℃以下)运输,避免 阳光照射。

6.3 样品交接

现场监测人员与实验室接样人员进行样品交接时,对照采样记录清点和检查样品。核查采样记录是否完整、样品是否有损坏或污染、样品编号是否清晰准确、样品交接时间、样品数量、样品的体积或质量、样品的性状等,确认无误后在交接记录上签字。若发现样品异常或处于损坏状态,应如实记录,并采取相关处理措施,必要时重新采样。

7 监测指标与分析方法

7.1 监测指标

微塑料监测指标至少应包括微塑料的数量、尺寸、形态和聚合物类型。

7.2 分析方法

微塑料各项指标的分析应采用国家或生态环境保护行业标准分析方法。若没有相应标准分析方法, 暂时按照附录 B 的方法执行,待适用于测定微塑料各个指标的国家或生态环境保护行业标准分析方法 发布后,按相关标准执行。

8 质量保证与质量控制

8.1 采样质量保证与质量控制

8.1.1 基本要求

微塑料采样应满足以下基本要求:

- a) 监测人员需着纯棉工作服,并尽量避免穿着合成材质的衣物;
- b) 尽量使用玻璃和金属材质的器具,避免样品直接接触塑料制品;
- c) 与样品有直接接触的如网口流量计、网底管、托盘、样品容器等应用纯水预先清洗,并在使用前进行覆盖避免污染,必要时在使用前再次用纯水进行冲洗;
- d) 不同点位应遵循相同的采样操作步骤,使样品具有可比性;
- e) 采样过程中尽量减少工作人员/船员/操作员在工作区域活动,降低潜在污染:

f) 收集、转移样品时采样人员应处于下风向。

8.1.2 表层海水

- a) 采集表层海水所需的网衣、网底管、网口流量计在组装前应使用密封袋存放,避免沾污。
- b) 网口流量计转子常数的标定值与出厂值的相对误差不大于±15%。
- c) 网口流量计在使用前后应用纯水进行清洗,避免交叉污染。

8.1.3 海滩沉积物和海底沉积物

- a) 采样框(5.2.4)、铲子或勺子(5.2.5)和托盘(5.2.8)使用前应用纯水冲洗,并用铝箔纸包裹后备用或包裹后放入自封袋内,避免沾污和交叉污染。
- b) 收集海底沉积物样品时应避免在沉积物采样器(5.2.2)边缘取样,最大程度减少样品污染。

8.1.4 海洋生物

海洋生物样品使用铝箔纸包裹后放入自封袋内,避免沾污。

8.1.5 全程序空白和对照样品

海水全程序空白数量不少于每日采集样品总数量的 10%,每天每船至少采集 1 个全程序空白。海滩沉积物和海底沉积物全程序空白数量不少于每日采集样品总数量的 10%(至少 1 个)。全程序空白和对照样品测定结果应满足分析方法要求。

8.2 实验室质量保证与质量控制

8.2.1 基本要求

微塑料分析应满足以下基本要求:

- a) 实验室分析人员需着纯棉工作服,尽量避免穿着合成材质的衣物;
- b) 应保持实验室洁净、减少空气流通和工作人员流动,避免空气中的纤维对实验结果产生影响;
- c) 尽量使用玻璃和金属材质的器具,避免样品直接接触塑料制品;
- d) 所有玻璃器皿使用前应用纯水彻底清洗,并用玻璃表面皿或铝箔纸覆盖:
- e) 实验中使用的溶液均应经滤膜(滤膜孔径应小于微塑料监测尺寸下限)过滤;
- f) 培养皿、滤膜和镊子在使用前应用显微镜检查,确认无微塑料后方可使用。

8.2.2 内部质量控制

8.2.2.1 实验室空白样品

每批次样品应按分析方法中的要求进行实验室空白样品分析。

8. 2. 2. 2 样品重复分析

海滩沉积物和海底沉积物样品应随机抽取采集样品总数量的 10%(至少 1 组)进行样品的实验室重复分析。

8.2.2.3 加标回收

分析方法中有加标回收试验要求时,按照分析方法执行。若更换分析人员或方法时,首批样品必须同步开展加标回收测试;分析人员不变时,可以根据样品分析频率,一般可按每季度或每半年开展一次加标分析。加标样品不少于2个。

a) 微塑料参考物质的选择及数量

应使用具有与特定环境样品相关的参考物质。成分应为环境介质中常见塑料种类,如聚乙烯、聚丙烯、聚苯乙烯、聚酰胺、聚氯乙烯等。参考物质中的微塑料至少应包含3种不同成分、3种不同形状(不包含纤维微塑料),覆盖微塑料整个尺寸范围,根据分析方法应尽可能接近微塑料的尺寸下限(如海水微塑料为0.33 mm)。

加标样品中的参考物质添加数量原则上应不少于50个。

注 1: 添加进沉积物样品中的微塑料参考物质应不易着色,避免参考物质被碘化钠染色干扰测定。

b) 微塑料参考物质的来源

微塑料参考物质可通过购买商品化塑料颗粒,或通过切割、低温研磨等方法自行制作。微塑料参 考物质应具有稳定性,避免实验过程中分裂成多个颗粒。

c) 微塑料参考物质添加方法

可以选择在清洁的基质(纯水、经多次浮选后的沉积物、生物肌肉匀浆)或环境样品(表层海水、海滩沉积物、海底沉积物、生物匀浆)中添加微塑料参考物质,并混合均匀,制备成海水、沉积物和海洋生物加标样品。

注 1: 制备清洁的沉积物加标样品时应根据具体环境样品的基质类型确定加标样品基质,如砂砾、淤泥等。

注 2: 添加进环境样品中的微塑料参考物质应轮廓分明、特征明显,易于辨识。

8.2.3 外部质量控制

可采用加标回收方式开展实验室间比对,相对标准偏差应满足分析方法的要求,微塑料参考物质加标数量回收率的相对标准偏差一般不大于 15%。

8.2.4 其他实验室质量控制要求

其他实验室质量控制要求按分析方法中的要求执行。

9 数据与报告

9.1 原始记录

9.1.1 现场记录

现场采样记录至少包括:监测区域名称、采样日期和时间、采样位置、样品编号、保存方法等。 若采样现场出现特殊情况,应予以记录。可参照附录 C 自行设计表格。

表层海水采样应同时记录海况等级、网口流量计读数、采样船速、表层水体微塑料采样器采样口 浸没高度、采样口宽度、网衣孔径等。

海滩沉积物样品采集应同时记录海滩长度、点位位置、样品性状描述(砾石、粗砂、细粉砂、粘

土)等。

海底沉积物样品采集应同时记录水深、重复采样次数、采样设备类型、样品性状描述(砂、砾、粗砾、淤泥)等。

海洋生物样品采集应同时记录物种中文名、物种拉丁名、生长方式、采样方式、样品数量等。

9.1.2 交接记录

交接记录至少包括:交接样品日期和时间、样品编号、保存方式、交样人员、接样人员等信息, 记录样品(包括实际样品、全程序空白和对照样品)交接时的样品状态、数量以及异常情况。

9.1.3 实验室原始记录

实验室原始记录至少包括:任务编号、监测项目名称、分析方法、样品编号、样品类别、分析仪器名称及型号,分析日期;监测过程的关键信息,如与计算有关的样品体积信息、质量信息、计算公式;分析人员、复核人员、审核人员等信息,同时按分析方法要求记录微塑料指标,并应保存微塑料的照片、谱图等电子图像文件。

9.2 监测数据处理

- 9.2.1 微塑料丰度异常偏高或偏低时,应从原始记录、采样和分析方法以及点位周边环境特点等实际情况查找原因,同时结合邻近点位及历史数据,必要时重新采样分析。
- 9.2.2 微塑料丰度和质量浓度的平均值以算术平均值计算。按照 8.2.2.2 开展监测点位样品重复分析的微塑料丰度和质量浓度分别以样品重复分析的结果计算平均值,监测区域的微塑料丰度和质量浓度分别以监测点位的微塑料丰度和质量浓度计算平均值,同时结合标准偏差,以反映数据的变化情况。
- 9.2.3 微塑料的尺寸单位一般为"mm",保留小数点后两位。
- 9.2.4 海水微塑料丰度单位一般用"个/m³"表示;海滩沉积物和海底沉积物(干重)微塑料丰度一般用"个/kg"表示;贝类软组织微塑料丰度一般用"个/个体"、"个/g"表示,鱼类和其他海洋生物体(如鸟类)微塑料丰度可使用"个/个体"表示。

海水微塑料质量浓度单位一般用"mg/m³"表示;海滩沉积物和海底沉积物(干重)微塑料质量浓度单位一般用"mg/kg"表示;贝类软组织微塑料质量浓度单位一般用"mg/个体"、"mg/g"表示,鱼类和其他海洋生物体(如鸟类)微塑料质量浓度单位可使用"mg/个体"表示。

- 9.2.5 微塑料丰度和质量浓度结果一般保留到小数点后2位。
- 9.2.6 未检出使用"<1个""<0.001 mg"来表示。
- 9.2.7 若分析方法中有数据处理要求则按分析方法的相关规定执行。

9.3 监测报告内容

监测报告内容应至少包括:监测概况(含区域概况)、方法依据、点位(分布图)、监测内容、 仪器设备、监测结果等。

附 录 A

(资料性附录)

点位布设方法和表层水体微塑料采样器示意图

A.1 点位布设方法

A. 1. 1 近岸海域

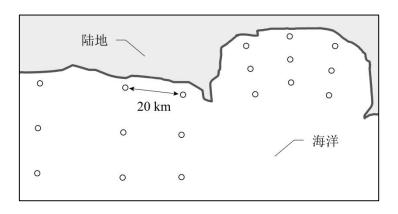


图 A. 1 近岸海域点位布设方法示意图 (一般情况下断面间隔 20 km)

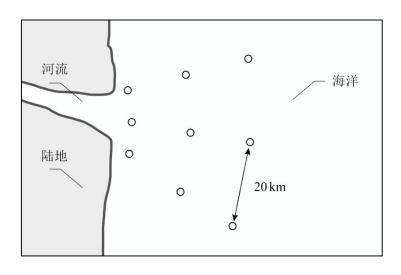


图 A. 2 河口区点位布设方法示意图

A. 1. 2 近海海域

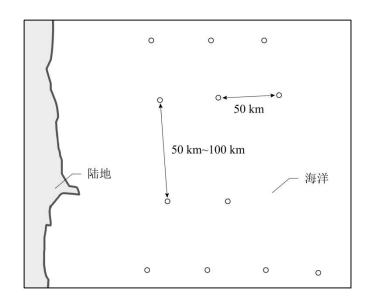


图 A.3 近海海域点位布设方法示意图(一般情况下每隔 50 km~100 km 布设 1 个监测断面,点位间距一般为 50 km)

A.1.3 海滩点位布设方法

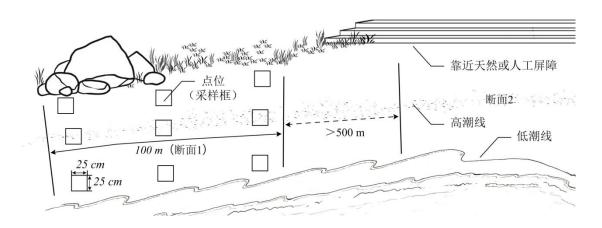


图 A. 4 海滩点位布设方法示意图 (9 个点位/断面)

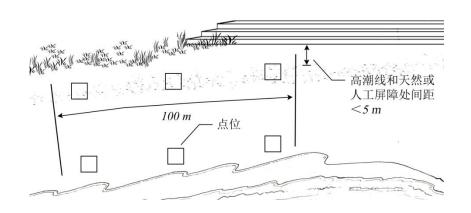


图 A. 5 海滩点位布设方法示意图 (6 个点位/断面)

A. 2 表层水体微塑料采样器

常见的表层水体微塑料采样器类型有纽斯顿网(图 A.6)、曼塔网(图 A.7)、双体船采样器(图 A.8)等。

纽斯顿网与曼塔网体积小,组装及采样操作便捷,抗风浪能力相对较弱,河口区与近岸海域、千吨以下的船舶优先使用纽斯顿网与曼塔网;双体船采样器体积较大,安装及采样操作繁复,抗风浪能力强,开阔海域及千吨以上的船舶优先使用双体船采样器。

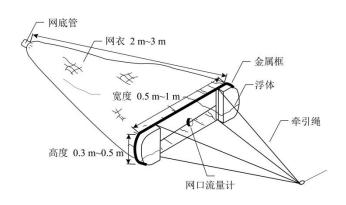


图 A. 6 表层水体微塑料采样器 (纽斯顿网) 示意图

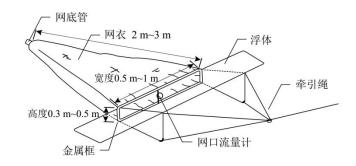


图 A. 7 表层水体微塑料采样器(曼塔网)示意图

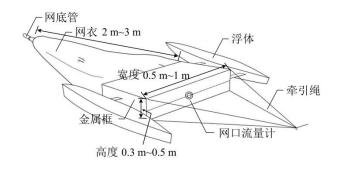


图 A. 8 表层水体微塑料采样器 (双体船采样器) 示意图

附录B

(资料性附录)

海洋微塑料测定方法

B. 1 适用范围

本方法规定了海洋环境中微塑料的傅立叶变换显微红外光谱法。

本方法适用于海水中 0.33 mm~5 mm 微塑料的粒径、形态、颜色、基础聚合物(化学成分)、微塑料丰度和质量浓度的测定;海滩、海底沉积物和海洋生物体内 0.10 mm~5 mm 微塑料的粒径、形态、颜色、基础聚合物(化学成分)、微塑料丰度和质量浓度的测定。其他尺寸范围的微塑料测定可参照执行。

B. 2 方法原理

海水样品中的微塑料经筛选分离、湿式过氧化氢氧化消解、密度分离后提取; 沉积物样品经碘化 钠溶液浮选、湿式过氧化氢氧化消解、密度分离后提取; 海洋生物样品经氢氧化钾溶液消解、碘化钠 溶液浮选后提取。在体视显微镜下观测微塑料的粒径、形态、颜色等物理特征,使用傅立叶变换显微 红外光谱仪检测基础聚合物(化学成分)。

B. 3 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,实验用水为纯水。

- B. 3. 1 硫酸(H_2SO_4): ρ =1.84 g/mL, $\omega \in [95.0\%, 98.0\%]$ 。
- B. 3. 2 盐酸(HCl): ρ =1.19 g/mL, $\omega \in [36.0\%, 38.0\%]$ 。
- B. 3. 3 盐酸溶液: 体积分数为 4%。

盐酸(B.3.2)和水以1:24的体积比混合。

- B. 3. 4 过氧化氢溶液: ω (H₂O₂) =30%。
- B. 3. 5 二价铁溶液: c (Fe²⁺) =0.05 mol/L。

将 3 mL 硫酸 (B.3.1) 缓慢加入 500 mL 水中, 称取 7.5 g 七水合硫酸亚铁 (FeSO₄·7H₂O) 溶于其中,混匀后溶液经玻璃纤维滤膜过滤,置于玻璃试剂瓶。

B. 3. 6 氯化钠溶液: ρ =1.2 g/mL。

每20 mL 水中加入6g 氯化钠,混匀后溶液经玻璃纤维滤膜过滤,置于玻璃试剂瓶。

B. 3. 7 碘化钠溶液: ρ=1.8 g/mL。

将 1600 g 碘化钠(NaI)加入至 1000 mL 纯水中,混匀后溶液经玻璃纤维滤膜过滤,置于棕色试剂瓶保存。

B. 3. 8 氢氧化钾溶液: ω (KOH) =10%。

称取 100 g 氢氧化钾,溶解于水,冷却后稀释至 1000 mL,经玻璃纤维滤膜过滤后备用。

- B. 3. 9 玻璃纤维滤膜: 孔径不大于 5 μm, 直径 47 mm。
- B. 3. 10 液氮。

B.4 仪器和设备

- B. 4. 1 傅立叶变换(显微)红外光谱仪。
- B. 4. 2 体视显微镜: 最大放大倍数不低于 40 倍, 配备成像分析软件。
- B. 4. 3 超净工作台: 样品前处理宜在超净工作台完成。
- B. 4. 4 分析天平: 分度值为 0.01 g、0.1 mg、0.001 mg。
- B. 4. 5 恒温干燥箱: 控温精度±1℃。
- B. 4. 6 水浴锅: 控温精度±1℃。
- B. 4.7 不锈钢筛网: 孔径分别为 5.0 mm 和 0.1 mm。
- B. 4. 8 浮选装置:将硅胶管连接至短颈玻璃漏斗底部,液体流速用止水夹控制,上覆铝箔或表面皿(图 B.1)。



图B.1 浮选装置示意图

- B. 4. 9 抽滤装置:包括真空泵、玻璃过滤器等。
- B. 4.10 直尺或游标卡尺:测量微塑料粒径。
- B. 4.11 玻璃培养皿:保存微塑料,直径6cm。
- B. 4. 12 棕色试剂瓶: 2000 mL 具磨口塞的棕色玻璃瓶。
- B. 4. 13 解剖工具:解剖刀、解剖针、解剖剪子等。
- B. 4. 14 烧杯: 500 mL、1000 mL。
- B. 4. 15 一般实验室常用仪器和设备。
- B.5 样品前处理
- B. 5. 1 表层海水样品前处理
- B. 5. 1. 1 微塑料分离提取
- B. 5. 1. 1. 1 筛选分离

按如下步骤对样品进行筛选分离操作:

a) 将现场收集的样品依次通过孔径为5.0 mm和0.1 mm的不锈钢筛网(B.4.7);

- b) 用适量纯水冲洗玻璃样品瓶,使样品全部转移至不锈钢筛网(B.4.7)上,至少重复3次上述操作.
- c)用适量纯水冲洗筛网,将0.1 mm筛网上的截留物全部转移至500 mL的烧杯,将烧杯置于恒温干燥箱(B.4.5),60℃下烘至近干。

B. 5. 1. 1. 2 消解处理

按下述步骤进行消解处理:

- a) 向样品(B.5.1.1.1 c) 中加入20 mL浓度为0.05 mol/L的二价铁溶液(B.3.5), 再加入20 mL 30%过氧化氢溶液(B.3.4), 用表面皿或铝箔覆盖烧杯口;
- b) 常温放置10 min左右, 若反应剧烈, 根据具体情况选择加入适量纯水或将烧杯放入冷水浴;
- c)如果反应结束后仍可观察到有机质,再加入20 mL 30%过氧化氢溶液(B.3.4)继续消解,重复上述操作至有机质完全消解。

B. 5. 1. 1. 3 密度分离

按如下步骤分离微塑料:

- a) 每 20 mL 样品溶液 (B.5.1.1.2 c) 加入 6 g 氯化钠固体;
- b) 氯化钠完全溶解后将样品溶液转移到浮选装置(B.4.8)中,用密度为1.2 g/mL 氯化钠溶液(B.3.6)冲洗烧杯,冲洗液一并转移至浮选装置(B.4.8),静置过夜;
- b) 打开浮选装置(B.4.8)的止水夹,控制流速,使沉降物通过漏斗底部缓慢流出,流出的疑似 微塑料用镊子挑出保留,弃置其他非塑料成分沉降物;
- c)上清液使用玻璃纤维滤膜(B.3.9)过滤,用纯水多次冲洗漏斗,将漏斗中的上清液全部转移至滤膜上,取下滤膜置于洁净的玻璃培养皿(B.4.11)中,60°C烘干,称量玻璃纤维滤膜和滤膜截留物总质量(m_1);
- d) 将处理过程中保留的疑似微塑料及滤膜上截留的微塑料按本标准B.6要求进行测定;
- e) 完成测定后,再次称量玻璃纤维滤膜和滤膜上剩余截留物总质量(m2)。

B. 5. 1. 2 实验室空白

以纯水作为实验室空白水样,按照与样品前处理(B.5.1.1)相同的步骤进行实验室空白的制备。

- B. 5. 2 沉积物样品前处理
- B. 5. 2. 1 沉积物中微塑料的分离提取
- B. 5. 2. 1. 1 样品准备及含水率测定

按照如下步骤准备样品:

- a) 将沉积物样品混匀,含水率($W_{H,O}$)的测定按照 GB 17378.5 执行;
- b) 称取 200 g~300 g(W_I)沉积物样品,转移至 500 mL 烧杯备用。

B. 5. 2. 1. 2 浮选

样品的浮选操作按以下步骤进行:

a) 向样品(B.5.2.1.1 b)加入1.8 g/mL碘化钠溶液(B.3.7)至烧杯约500 mL刻度线处,充分搅

动, 使微塑料漂浮于溶液表面;

- b) 静置至溶液澄清,收集上清液,再次向盛放样品的烧杯中加入碘化钠溶液(B.3.7),重复浮选过程至液面无疑似塑料颗粒漂浮;
- c) 合并上清液,将上清液依次通过孔径为5.0 mm、0.1 mm的不锈钢筛网(B.4.7);
- d) 使用大量纯水冲洗 0.1 mm 筛网上的截留物以去除碘化钠;
- e) 用适量纯水将筛网上的截留物转移至干净的 500 mL 烧杯,若溶液中无肉眼可见杂质干扰,按 B.5.2.1.4 步骤使用玻璃纤维滤膜(B.3.9)过滤,否则应用铝箔覆盖烧杯但不密封,置于恒温干燥箱(B.4.5),60℃下烘至近干。

B. 5. 2. 1. 3 消解处理

对浮选溶液中的有机质等干扰物,按下述步骤进行消解:

- a) 向样品(B.5.2.1.2 e) 中依次加入 20 mL 浓度为 0.05 mol/L 的二价铁溶液(B.3.5) 和 20 mL 30%过氧化氢溶液(B.3.4),用表面皿或铝箔覆盖烧杯口,常温放置至无明显气泡产生。如果有机质消解不完全,再次加入 20 mL 30%过氧化氢溶液(B.3.4)继续消解,重复上述操作直至消解完全;
- b) 若有较多贝壳残留,向上述溶液中添加 10 mL 盐酸溶液 (B.3.3)继续消解。
- 注: 若消解反应剧烈,根据具体情况选择加入纯水或冷水浴。

B. 5. 2. 1. 4 过滤

将浮选溶液(B.5.2.1.2)或消解溶液(B.5.2.1.3)使用玻璃纤维滤膜(B.3.9)过滤。

- a) 用纯水多次冲洗烧杯,使样品全部转移至玻璃纤维滤膜(B.3.9);
- b) 取下滤膜置于洁净的玻璃培养皿(B.4.11)中,60°C烘干,称量玻璃纤维滤膜和滤膜截留物总质量(m_3);
- c) 滤膜上截留的微塑料按本标准 B.6 的要求进行测定;
- d) 完成测定后,再次称量玻璃纤维滤膜和滤膜剩余截留物的总质量(m_4)。

B. 5. 2. 2 实验室空白

使用洁净的空烧杯,按照与样品前处理(B.5.2.1.2~B.5.2.1.4)相同的步骤进行实验室空白的制备。

B. 5. 3 海洋生物样品前处理

B. 5. 3. 1 样品制备

B. 5. 3. 1. 1 贝类样品制备

按如下步骤制备贝类样品:

- a)清洗样品表面并沥干;
- b)选取规格相近的同类样品,用游标卡尺(B.4.10)测量壳长、壳高和壳宽,称重并记录;
- c)样品置于托盘上,使用解剖工具(B.4.13)插入、撬开壳缝,紧贴壳内壁用解剖刀割断两侧闭壳肌,用镊子取出软组织;
- d) 将软组织沥干水分后称重 (W_2), 并进行记录,组织样品放入烧杯中备用。

注:对每个软组织样品进行单独消解和分析。

B. 5. 3. 1. 2 鱼类样品的制备

按如下步骤制备鱼类样品:

- a) 清洗样品表面并沥干;
- b) 选取规格相近的同类样品,测量体长(自吻端至尾椎骨末端)和体重,并进行记录;
- c)样品置于托盘上,使用解剖工具(B.4.13)从泄殖孔沿体轴向前剪开至鳃盖后缘,取出消化道;
- d) 对每个样品消化道称重,并进行记录,放入烧杯中备用。
- 注1: 大型鱼类样品的制备可分段截取消化道开展分析。
- 注 2: 鸟类、哺乳动物等生物样品制备和分析可参考本标准执行。

B. 5. 3. 2 消解处理

采用碱消解法处理样品,消解步骤如下:

- a)将装有样品的烧杯置于通风橱中,每1g湿样加入20mL氢氧化钾溶液(B.3.8),用铝箔或表面皿覆盖烧杯口;
- b)将烧杯置于60℃水浴锅(B.4.6)中进行消解;
- c) 若消解不完全或有油脂存在,再次加入 20 mL 氢氧化钾溶液 (B.3.8), 重复上述操作至消解 完全。

B. 5. 3. 3 密度分离

消解后含泥沙较多的样品需进行密度分离,操作步骤如下:

- a)将样品(B.5.3.2 c)加热至60℃,通过0.1 mm的不锈钢筛网,用60℃纯水冲洗烧杯内壁,使样品溶液全部转移至筛网,至少重复3次;
- b) 用大量纯水冲洗筛网截留物, 去除碱溶液;
- c) 用纯水冲洗筛网,将筛网上的截留物全部转移至500 mL烧杯中,每20 mL上述溶液加入32 g碘化钠固体,搅拌溶解;
- d) 用碘化钠溶液(B.3.7) 将样品溶液转移至浮选装置(B.4.8),静置过夜;
- e) 观察浮选装置硅胶管内是否有固体物质沉降。控制流速,使沉降物缓慢流出。用镊子挑出疑似 微塑料,弃置其他非塑料成分沉降物;
- f)上清液使用玻璃纤维滤膜(B.3.9)过滤,用纯水多次冲洗漏斗,将漏斗中的上清液全部转移至滤膜上,取下滤膜置于洁净的玻璃培养皿(B.4.11)中,60℃烘干;
- g) 称量玻璃纤维滤膜和滤膜截留物总质量(m5);
- h) 将处理过程中保留的疑似微塑料及滤膜上截留的微塑料按本标准B.6要求进行测定;
- i) 完成测定后,再次称量玻璃纤维滤膜和滤膜上剩余截留物总质量(m₆)。

B. 5. 3. 4 空白制备

在空烧杯中,按照与样品前处理(B.5.3.2~B.5.3.3)相同的步骤进行实验室空白的制备。

B. 6 微塑料物理化学特征分析

B. 6. 1 物理特征分析

B. 6. 1. 1 粒径

将微塑料尽量平铺,粒径大小以最长长度统计。通常使用直尺或游标卡尺(B.4.10)对>1 mm的微塑料粒径进行测定,<1 mm的微塑料在体视显微镜下使用系统软件测定微塑料粒径。

- ——自然弯曲的线状微塑料沿线段测量最大长度,最大长度不是很明显的微塑料,应测量多个对 角线,取最大值进行记录。也可根据监测目的的不同,在记录最大尺寸的同时,记录微塑料 的多维尺寸信息。
- ——记录微塑料的粒径、形态、颜色信息。宜保留微塑料的图像电子文件。

B. 6. 1. 2 形态

采用目视法或在体视显微镜下观测微塑料的形态。将微塑料形态按线、纤维、颗粒、片、薄膜、 泡沫和原料树脂记录,不同形态微塑料的具体形状描述见表 B.1 所示。

表B.1 微塑料形态分类

一级分类	二级分类	形态特征	常见聚合物成分	示例
4A 1/4T 4A	线状	单丝线、线绳、股线,通 常来源于渔业用的绳索	聚乙烯、聚丙烯、聚 酰胺等	
线/纤维	纤维状	长丝状,直径(横截面的宽度)通常为几微米到几十微米,来源于织物,或绳索脱落的纤维	聚对苯二甲酸乙二醇 酯、聚乙烯、聚丙 烯、聚酰胺等	
碎片	颗粒状	不规则形状的硬颗粒	聚乙烯、聚丙烯等	
¥†*/	片状	表面相对平滑,边缘光滑或 有棱角	聚乙烯、聚丙烯等	
薄膜	_	源自薄片或薄膜,质地软, 边缘光滑或有棱角	聚乙烯、聚丙烯等	
泡沫	_	不规则碎屑、球或颗粒状, 内部有孔隙,压力作用下易 变形	聚苯乙烯、聚氯乙 烯、聚氨酯等	
原料树脂	_	一般为光滑的球型或一侧扁平、圆柱型硬质颗粒,通常 为磨料颗粒、用于注塑成型 的粉末或用于在生产点之间	聚丙烯、聚乙烯、聚 苯乙烯等	

一级分类	二级分类	形态特征	常见聚合物成分	示例
		批量运输聚合物的树脂颗粒,树脂颗粒,树脂颗粒粒径通常为1mm~5mm		

B. 6. 1. 3 颜色

采用目视法或在体视显微镜下观察微塑料的颜色。微塑料的颜色按照 GB/T 15608 中规定的主要颜色和无彩色系记录,即:红色、黄色、绿色、蓝色、紫色、黑色、白色、灰色和无色(透明、半透明)。

B. 6.2 基础聚合物(化学成分)测定

B. 6. 2. 1 仪器参数设置

使用傅立叶变换显微红外光谱仪测定微塑料成分。具体仪器参数设置如下:

- ——选择合适的采集模式,如"透射模式/反射模式/衰减全反射(ATR)模式";
- ——选择合适的检测器,如汞镉碲(MCT)检测器、氘化硫酸三甘肽(DTGS)检测器、MCT 阵列成像检测器:
- ——选择合适的采集背景时间间隔;
- ——选择光谱格式,如"透过率"、"吸光度";
- ——选择合适的"扫描次数",宜设置为不小于8次;
- ——设置检测器光谱范围, 宜设置为(4000~700) cm⁻¹;
- ——设置光谱分辨率, 宜设置为 8 cm⁻¹;
- ——其他参数根据需要进行调整。

B. 6. 2. 2 分析测定

按如下步骤测定微塑料成分:

- a) 在体视显微镜下,借助解剖针或镊子将待测微塑料转移至样品检测载体上(样品池、金镜或不 影响红外检测的其他载体),将样品载体置于样品台;
- b) 打开谱图预览,调节照明灯亮度、显微样品台及镜头高度,获得清晰视野,找到目标微塑料;
- c) 根据待测微塑料的大小和形态调节合适的光阑大小及角度;
- d)调好后将光阑移至微塑料颗粒外部采集背景谱图;
- e) 将光阑移回至颗粒表面, 采集谱图并保存;
- f)进行谱图检索,根据检索结果判断微塑料成分,聚合物图谱匹配度应大于70%;
- g) 若匹配度小于 70%, 重新测定, 或选取颗粒其他部位重新采集谱图。匹配度仍小于 70%不予 认定为塑料聚合物;
- h) 记录测定结果。
- 注1: 若采用 MCT 检测器,在使用前需添加液氮(B.3.10)。
- **注 2**: 本方法给出傅立叶变换显微红外光谱仪测定微塑料成分的程序。拉曼光谱法、激光红外光谱法可作为辅助方法应用于微塑料成分测定。

B. 6.3 指标测定顺序要求

一般情况下,先对微塑料监测指标中的物理特征进行分析。在显微镜下,对微塑料进行拍照,再 对粒径、颜色和形态(顺序任意)进行记录,最后进行微塑料的化学成分测定。

B.7 结果计算与表示

B. 7.1 表层海水

B. 7. 1. 1 微塑料丰度计算

表层海水中微塑料丰度 D_1 ,按公式(B.1)进行计算。

$$D_1 = \frac{n_1}{(r_i - r_0) \times R_c \times w \times h} \tag{B.1}$$

式中:

 D_1 —表层海水中的微塑料丰度,个/ m^3 ;

 n_1 ——表层海水中微塑料的总数量,个;

 r_i ——网口流量计的结束值;

 r_0 ——网口流量计的初始值;

 R_c ——网口流量计的转子常数标定值, m;

w——采样口宽度, m;

h——采样口浸没高度,m。

B. 7. 1. 2 质量浓度计算

表层海水中微塑料的质量浓度 Q_1 ,按公式(B.2)进行计算。

$$Q_1 = \frac{m_1 - m_2}{(r_i - r_0) \times R_c \times w \times h}$$
 (B.2)

式中:

 Q_1 —表层海水中微塑料的质量浓度, mg/m^3 ;

 m_1 ——玻璃纤维滤膜和滤膜上截留物的总质量, mg;

 m_2 ——移去微塑料后玻璃纤维滤膜和滤膜上剩余截留物的质量,mg;

r:——网口流量计的结束值;

 r_0 ——网口流量计的初始值;

 R_{c} ——网口流量计的转子常数标定值, m;

w——采样口宽度, m;

h——采样口浸没高度, m。

B. 7. 2 沉积物

B. 7. 2. 1 微塑料丰度计算

沉积物中微塑料丰度 D_2 , 按公式 (B.3) 进行计算。

$$D_2 = \frac{n_2}{W_1(1 - W_{H_20})} \times 1000 \tag{B.3}$$

式中:

 D_2 ——沉积物中的微塑料丰度,个/kg;

n2——样品中检出的微塑料总数量,个;

 W_1 ——沉积物湿样的质量, g;

 W_{HoO} ——沉积物含水率,%。

B. 7. 2. 2 质量浓度计算

沉积物中微塑料的质量浓度 Q_2 , 按公式 (B.4) 进行计算。

$$Q_2 = \frac{m_3 - m_4}{W_1(1 - W_{H_70})} \times 1000 \tag{B.4}$$

式中:

Q2——沉积物干样中微塑料的质量浓度, mg/kg;

m3——玻璃纤维滤膜和滤膜上截留物的总质量, mg;

m4——移去微塑料后玻璃纤维滤膜和滤膜上剩余截留物的总质量, mg;

 W_1 ——沉积物湿样的质量, g;

 $W_{\rm H_2O}$ ——沉积物含水率,%。

B. 7. 3 海洋生物

B. 7. 3. 1 微塑料丰度计算

海洋生物体内微塑料丰度 D3, 按公式 (B.5) 进行计算。

$$D_3 = \frac{n_3}{W_2} \tag{B.5}$$

式中:

 D_3 ——生物体软组织或消化道中微塑料丰度,个/g 或个/个体;

 n_3 ——生物体软组织或消化道中检出微塑料的总数量,个;

 W_2 ——分析的生物样品组织湿重或个体数, g或个。

B. 7. 3. 2 质量浓度计算

海洋生物体内微塑料的质量浓度 Q_3 ,按公式 (B.6) 进行计算。

$$Q_3 = \frac{m_5 - m_6}{W_2} \tag{B.6}$$

式中:

 Q_3 ——生物体软组织或消化道中微塑料的质量浓度, mg/g 或 mg/个体;

 m_5 ——玻璃纤维滤膜和滤膜上截留物的总质量,mg;

*m*₆——移去微塑料后玻璃纤维滤膜和滤膜上剩余截留物的总质量, mg;

 W_2 ——分析的生物样品组织湿重或个体数,g或个。

B. 7. 4 结果表示

表层海水、海滩和海底沉积物、海洋生物体内的微塑料丰度和质量浓度结果一般精确到小数点后 2 位。

B. 8 质量保证和质量控制

开展微塑料分析时应满足以下要求:

- ——为保证微塑料分离提取的有效性,每批次样品预处理前宜开展样品回收率实验。向一定量的经玻璃纤维滤膜(B.3.9)过滤的纯水,多次反复浮选后的沉积物、生物肌肉匀浆样中,添加已知粒径、形状、颜色和成分的微塑料颗粒,分别按本标准 B.5.1、B.5.2 和 B.5.3 中相应条款完成样品中微塑料的分离提取;添加的微塑料可在显微镜下切割,粒径应有一定梯度,成分宜为环境介质中常见塑料种类,添加数量宜为 20 个~50 个;回收率应控制在 75%~125%范围内;
- ——实验室分析人员应穿着干净的白色棉质实验服,佩戴无粉天然乳胶手套,应避免穿戴含合成纤维成分的衣物;
- ——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70%乙醇溶液的脱脂棉球或纯棉纱布擦拭工作台台面;
- ——所有玻璃器皿应彻底清洗,并用玻璃表面皿或铝箔覆盖;
- ——实验中使用的溶液均应经玻璃纤维滤膜过滤后使用;所有培养皿、滤膜和镊子在使用前应用显微镜检查,以确认无微塑料沾污;
- ——在海洋生物样品解剖和称量过程中,应避免接触塑料制品以免沾污;
- ——完成测定的微塑料颗粒,有条件的实验室可置于玻璃培养皿中,放在干燥环境中长期保存。

附 录 C

(资料性附录)

海洋微塑料现场采样记录表

海洋微塑料采样记录表可参照表C.1~C.5进行设计。

表 C. 1 表层海水采样记录表

(/依据标准号	:)		
任务单位:						
监测船名称:表层水体微塑料采样器采样						
网衣长度(m):网口						
监测点位编号			<u> </u>			
天气状况			风向			
海况等级			风速/ (m/s)			
船速/节			采样口浸没 高度/m			
起始点经度			结束点经度			
起始点纬度			结束点纬度			
开始时间/(hh/mm)			结束时间/(hh/mm)			
网口流量计起始读数			网口流量计终止读数			
样品量/L			采样体积/m³			
样品性状描述 (生物量高/低、油污等)		1				
备注:						
注 1: 海况等级: 以目力观测选择 3 级以下海况进行采 0 级:海面光滑如镜: 1 级:波纹: 2 级:风浪很小,波峰开约 3 级:风浪不大,但很触白色浪花——白浪。注 2: 样品性状描述:生物量注 3: 保存方法:避光冷藏。注 4: 网流量计转子常数标定	样。 始破碎,但浪花不显白作目,波峰破裂,其中有点 高/低、有无油污等。	$V = (b-a) \times Rc \times w \times h$ 式中: V ——表层海水的采样体积, m^3 ; a——网口流量计的起始读数; b——网口流量计的终止读数; R_c ——网口流量计转子常数的标定值, m ; w——采样口宽度, m ; h——采样口浸没高度, m 。				
采	样人:	校对人:	·	审核人:		

表 C. 2 海滩沉积物采样记录表

	(/依据标准号:)				
				:纸潮时间: _					
序号	监测断面 编号	样品编号	采样时间/ (hh/mm)	点位位置 (D低潮线、G高潮线、P 靠近天然或人工屏障处)	监测断面中心 点经度	监测断面中 心点纬度	样品量 /g	样品性状描述 (砾石/粗砂/细粉砂/ 粘土等)	备注
				$\Box D \ \Box G \ \Box P \ \Box G/P$					
				$\Box D \ \Box G \ \Box P \ \Box G/P$					
				$\Box D \ \Box G \ \Box P \ \Box G/P$					
				$\Box D \ \Box G \ \Box P \ \Box G/P$					
				$\Box D \Box G \Box P \Box G/P$					
				$\Box D \ \Box G \ \Box P \ \Box G/P$					
				$\Box D \ \Box G \ \Box P \ \Box G/P$					
				$\Box D \ \Box G \ \Box P \ \Box G/P$					
				\Box D \Box G \Box P \Box G/P					
				$\Box D \ \Box G \ \Box P \ \Box G/P$					
				\Box D \Box G \Box P \Box G/P					
备注	G/P 表示为高潮线和天	然或人工屏障处间]距小于 5 m。						
				采	举人:		大:	审核人: _	

表 C. 3 海底沉积物采样记录表

	(/依据标准号:							Ţ:)				
任务单位:				与域:		监测	船名称:		保存方法: <u>避光冷藏</u> 共页 第页				
序号		采样日期/ (年/月/日)	时间/ (hh/mm)	海况 等级	经度	纬度	水深/m	采样次数	样品量/g	样品性状描述 (砂/砾/粗砾/淤泥等)	采样设备 (抓斗/箱式/重力柱)	备注	
							校对人.	宙核人:					

表C. 4 海洋生物样品现场采集记录表

		(/依据标准号:)		
任务单	单位:		采样海域:		_ 保存方法: <u>避光冷藏</u> _	采样日期: _		共	〔第页
序号	监测点位编号	经度	纬度	物种 中文名	物种 拉丁名	来源 (野生/养殖)	采样方式	样品数量	样品性状描述
备注	样品性状描述,如个体是	:否完整、腐烂等。							
				采样	λ.	校对人.		宙核人.	

表C.5 海洋生物样品购买采集记录表

			(/依据标				据标准号:	标准号:				
任务单位:			_ 采购地点:			采购日期:			共_	页 第页		
序号	采购 时间	物种 中文名	物种 拉丁名	捕捞时间	捕捞海域	经度	纬度	捕捞方式	来源 (野生/养殖)	采购 数量	样品性状描述	
备注	样品性状	描述,如个包	*是否完整、腐烂	等。								
						采样人:	,	校对人:	审	核人:		
					_							