

中华人民共和国水产行业标准

SC/T 9452—2025

水产养殖环境(水体、底泥)中微塑料的
测定 激光红外成像法

Determination of microplastics in water and sediment from aquaculture
environments by laser direct infrared imaging method

2025-04-27 发布

中华人民共和国农业农村部 发布



前 言

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。

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。

本文件由农业农村部渔业渔政管理局提出。

本文件由全国水产标准化技术委员会渔业资源分技术委员会(SAC/TC 156/SC 10)归口。

本文件起草单位：中国水产科学研究院、中国水产科学研究院东海水产研究所、中国科学院深圳先进技术研究院、安捷伦科技(中国)有限公司、浙江省海洋水产研究所、中国水产科学研究院黄海水产研究所、自然资源部第三海洋研究所。

本文件主要起草人：吴立冬、欧阳珑玲、陈渊戈、李洋、张晓丹、孙慧武、刘欢、李晋成、孙涛、孙秀梅、夏斌、张元标。



水产养殖环境(水体、底泥)中微塑料的测定 激光红外成像法

1 范围

本文件描述了激光红外成像法测定水产养殖环境(水体、底泥)中微塑料的原理、试剂和材料、仪器设备,规定了样品采集和保存,实验步骤,数据处理,检测方法灵敏度、准确度、精密度,质量保证与控制。

本文件适用于水产养殖环境(水体、底泥)中 $10\ \mu\text{m}\sim 500\ \mu\text{m}$ 粒径微塑料的测定。

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

GB 17378.2 海洋监测规范 第2部分:数据处理与分析质量控制

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

HJ 493 水质采样 样品的保存和管理技术规定

SC/T 9102.3 渔业生态环境监测规范 第3部分:淡水

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

微塑料 microplastic

粒径大于 $1\ \mu\text{m}$ 且小于 $5\ 000\ \mu\text{m}$ 的塑料制品或塑料残片。

注:按其形状可分为纤维、薄膜、碎片、微珠。常见的聚合物为聚丙烯(Polypropylene, PP)、聚乙烯(Polyethylene, PE)、聚氯乙烯(Polyvinyl Chloride, PVC)、聚苯乙烯(Polystyrene, PS)、聚酰胺(Polyamide, PA)、聚对苯二甲酸乙二醇酯(Polyethylene Terephthalate, PET)、聚氨酯(Polyurethane, PU)等。

3.2

微塑料丰度 microplastic abundance

每升水体或每千克底泥(干重)中微塑料的数量(个)。

4 原理

对样品进行过滤、消解、浮选、收集后,根据微塑料中官能团或化学键吸收红外光后产生的特征红外光谱图,采用激光红外成像技术,获得微塑料颗粒的图像、成分、数量及粒径分布等。

5 试剂和材料

试剂除特别说明外均为分析纯;实验用水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 七水合硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)。

5.1.2 氯化钠(NaCl)。

5.1.3 氯化钾(KCl)。

- 5.1.4 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)。
- 5.1.5 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)。
- 5.1.6 几丁质酶。
- 5.1.7 甲酸钾(HCOOK)。
- 5.1.8 浓硫酸(H_2SO_4): $\geq 98\%$,优级纯。
- 5.1.9 浓盐酸(HCl): $36\% \sim 38\%$,优级纯。
- 5.1.10 过氧化氢溶液(H_2O_2): 30% ,优级纯。
- 5.1.11 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$):色谱纯,经 $0.45 \mu\text{m}$ 混合纤维素滤膜过滤。

5.2 材料

- 5.2.1 聚苯乙烯微球: $10 \mu\text{m}$ 、 $50 \mu\text{m}$ 、 $140 \mu\text{m}$ 、 $300 \mu\text{m}$ 、 $500 \mu\text{m}$ 。
- 5.2.2 $10 \mu\text{m}$ 不锈钢微孔滤膜: $\Phi=47 \text{ mm}$ 、 $\Phi=25 \text{ mm}$ 。
- 5.2.3 混合纤维素滤膜: $0.45 \mu\text{m}$ 、 $\Phi=47 \text{ mm}$ 。
- 5.2.4 聚多巴胺(PDA)-纳米磁珠:粒径在 $500 \text{ nm} \sim 10 \mu\text{m}$,磁性强度大于 40 emu/g ,对微米级塑料提取效率大于 80% ,其他达到类似提取效率的纳米磁珠同样适用。形貌图见附录 A。
- 5.2.5 反射窗片:右侧做全黑处理。
- 5.2.6 玻璃量筒。
- 5.2.7 玻璃容量瓶。
- 5.2.8 具塞玻璃广口瓶。
- 5.2.9 玻璃烧杯。
- 5.2.10 玻璃管。
- 5.2.11 玻璃样品瓶。

5.3 溶液配制

- 5.3.1 二价铁溶液(0.05 mol/L):称取七水合硫酸亚铁(5.1.1) 7.50 g ,加入 500 mL 水搅拌溶解后,加 3 mL 浓硫酸(5.1.8)调节 pH 至 $2.0 \sim 4.0$ 。经混合纤维素滤膜(5.2.3)过滤后,室温保存。
- 5.3.2 磷酸盐缓冲液(0.01 mol/L):称取氯化钠(5.1.2) 8.00 g 、氯化钾(5.1.3) 0.20 g 、磷酸氢二钠(5.1.4) 1.44 g 和磷酸二氢钾(5.1.5) 0.24 g ,加入 800 mL 水搅拌溶解。加适量浓盐酸(5.1.9)调节 pH 至实际使用的几丁质酶标注的最适 pH,定容至 1000 mL ,室温保存。
- 5.3.3 几丁质酶工作液:将几丁质酶(5.1.6)加入至磷酸盐缓冲液(5.3.2)中至酶活力为 90 U/L 。经混合纤维素滤膜(5.2.3)过滤,现用现配。
- 5.3.4 饱和甲酸钾溶液:称取甲酸钾(5.1.7) 3000.00 g ,加入 1000 mL 水搅拌溶解后,继续加入甲酸钾(5.1.7)至饱和。使用前经混合纤维素滤膜(5.2.3)过滤除去盐颗粒后,室温保存。

6 仪器设备

- 6.1 不锈钢采水器。
- 6.2 Manta 网:网口宽 70 cm 、高 30 cm ,网袋长 200 cm ,网衣孔径 $10 \mu\text{m}$ 。
- 6.3 流量计。
- 6.4 不锈钢采泥器。
- 6.5 不锈钢储存桶。
- 6.6 不锈钢样品盒。
- 6.7 不锈钢筛网: $500 \mu\text{m}$ 。
- 6.8 具塞柱形玻璃浮选筒:示意图见附录 B。
- 6.9 磁力架。

- 6.10 玻璃抽滤瓶:由滤杯、接收瓶和夹具组成, $\Phi=47\text{ mm}$ 、 $\Phi=25\text{ mm}$ 。
- 6.11 真空抽滤泵。
- 6.12 恒温振荡培养箱。
- 6.13 气泵。
- 6.14 超声波振荡器:频率 60 kHz。
- 6.15 恒温磁力搅拌器。
- 6.16 电子天平:感量 0.01 g。
- 6.17 恒温干燥箱。
- 6.18 恒温电热板。
- 6.19 激光红外成像系统:激光光源需覆盖 $1\ 800\text{ cm}^{-1}\sim 975\text{ cm}^{-1}$ 指纹区,空间分辨率不超过 $6\ \mu\text{m}$ (反射模式),仪器参数见附录 C,其他达到要求的仪器同样适用。

7 样品

7.1 水体样品采集和保存

7.1.1 采水器样品

按 GB 17378.3 和 SC/T 9102.3 中描述的方法,使用不锈钢采水器采集 5 L~10 L 水作为样品,转移至带密封盖的不锈钢储存桶中,按 HJ 493 中描述的方法进行保存。

7.1.2 拖网样品

拖曳 Manta 网采集水中的微塑料,网口挂流量计以估算滤水量。冲洗 Manta 网网衣 3 次,将样品收集至不锈钢储存桶,按 HJ 493 中描述的方法进行保存。

7.2 底泥样品采集和保存

按 GB 17378.3 和 SC/T 9102.3 中描述的方法,使用不锈钢采泥器采集底泥,每个站位重复采集 3 次。将重复样品充分混合,取不少于 500 g 放置于不锈钢样品盒,于 $1\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下密封保存。

8 实验步骤

8.1 提取和收集

8.1.1 水体样品的处理

8.1.1.1 样品经 $500\ \mu\text{m}$ 不锈钢筛网分级后,转移至玻璃抽滤瓶($\Phi=47\text{ mm}$),使用 $10\ \mu\text{m}$ 不锈钢微孔滤膜($\Phi=47\text{ mm}$)进行抽滤。

8.1.1.2 用 20 mL 过氧化氢溶液(5.1.10)将 8.1.1.1 滤杯底部的残留物冲洗至具塞玻璃广口瓶中,再放入 8.1.1.1 抽滤后的滤膜,于超声波振荡器中处理 5 min。用 30 mL 过氧化氢溶液(5.1.10)将滤膜上的残留物冲洗回广口瓶中。广口瓶置于恒温振荡培养箱中, $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、80 r/min 消解 4 h。静置 30 min,若上层液体仍较浑浊,再加入 30 mL 过氧化氢溶液(5.1.10),放回恒温振荡培养箱中重复消解,直至上层液体澄清。若样品有机质丰富,可利用芬顿反应消解代替过氧化氢溶液消解。用 25 mL 二价铁溶液(5.3.1)将 8.1.1.1 滤杯底部的残留物冲洗至具塞玻璃广口瓶中,再放入 8.1.1.1 抽滤后的滤膜,于超声波振荡器中处理 5 min。用 25 mL 过氧化氢溶液(5.1.10)将滤膜上的残留物冲洗回广口瓶中。室温下放置 5 min。广口瓶置于恒温磁力搅拌器上,加热至 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$,搅拌 1 h。消解过程中持续监测消解体系的 pH,使用浓硫酸(5.1.8)调节使 pH 保持在 2.0~4.0。静置 1 h,若上层液体仍较浑浊,再加入 30 mL 过氧化氢溶液(5.1.10),放回恒温磁力搅拌器重复消解,直至上层液体澄清。

8.1.1.3 若消解后的样品中仍含有较多浮游生物残片,则需额外用几丁质酶进行消解。将 8.1.1.2 消解后的液体经 $10\ \mu\text{m}$ 不锈钢微孔滤膜($\Phi=47\text{ mm}$)抽滤后,用 20 mL 几丁质酶工作液(5.3.3)将滤杯底部的残留物冲洗至洁净广口瓶,再将抽滤所得滤膜加入此广口瓶,于超声波振荡器中处理 5 min。取出滤膜,用 25 mL 几丁质酶工作液(5.3.3)将滤膜上的残留物冲洗回广口瓶中。广口瓶置于恒温振荡培养箱中,

37 ℃、80 r/min 消解 24 h。

8.1.1.4 每 10 mL 消解完全的液体中加入 30.00 g 甲酸钾(5.1.7)以增加密度,完全溶解后转移到具塞柱形玻璃浮选筒(500 mL),用饱和甲酸钾溶液(5.3.4)将广口瓶内的残留物冲洗至浮选筒中。浮选筒封口后,插入玻璃管,并用经针式过滤器过滤的空气通气 30 min。取出玻璃管,用饱和甲酸钾溶液(5.3.4)反复冲洗玻璃管及浮选筒内壁,至浮选筒内液体体积约 400 mL,封口并静置 24 h。缓缓塞上浮选筒塞,若浮选筒上部的液体中仍含有泥沙,则应转移至洁净的浮选筒重复浮选直至没有泥沙。浮选结束后,将浮选筒上部内容物完全转移至玻璃抽滤瓶($\Phi=25$ mm),经 10 μm 不锈钢微孔滤膜($\Phi=25$ mm)抽滤收集。将浮选筒上部液体倒出时,应边倒边旋转浮选筒,并反复冲洗内壁。若消解完全的液体中泥沙含量很低,则可使用 PDA-纳米磁珠(5.2.4)分离微塑料。加入 PDA-纳米磁珠(终浓度 0.2 mg/mL),混匀后室温下孵育 3 min。在磁力架上将磁珠吸附,移除液体,加入适量浓盐酸(5.1.9)反应约 15 s 以分离微塑料,立即加入 20 倍体积一级水进行稀释。转移至玻璃抽滤瓶($\Phi=25$ mm),经 10 μm 不锈钢微孔滤膜($\Phi=25$ mm)抽滤收集。抽滤完成前,应用一级水反复冲洗滤膜,确保无盐酸残留。

8.1.2 底泥的处理

8.1.2.1 称取 200.00 g 样品,在恒温干燥箱中 60 ℃ 烘干至恒重,按 GB 17378.5 中的规定测定样品含水率。

8.1.2.2 将烘干后的样品转移至 1 000 mL 玻璃烧杯中,先后加入 150 mL 二价铁溶液(5.3.1)和 150 mL 过氧化氢溶液(5.1.10),充分搅拌,室温放置 5 min,使用恒温磁力搅拌器 70 ℃ 搅拌 1 h 进行消解。消解过程中持续监测消解体系的 pH,使用浓硫酸(5.1.8)调节使之保持在 2.0~4.0。静置 1 h,若上层液体仍较浑浊,再加入 100 mL 过氧化氢溶液(5.1.10),放回恒温磁力搅拌器重复消解,直至上层液体澄清。

8.1.2.3 每 10 mL 消解完全的液体中加入 30.00 g 甲酸钾(5.1.7)以增加密度,完全溶解后转移到具塞柱形玻璃浮选筒(750 mL),用饱和甲酸钾溶液(5.3.4)将烧杯内的残留物冲洗至浮选筒中。浮选筒封口后,插入玻璃管,并用经针式过滤器过滤的空气通气 30 min。取出玻璃管,用饱和甲酸钾溶液(5.3.4)反复冲洗玻璃管及浮选筒内壁,至浮选筒内液体体积约 600 mL,封口并静置 24 h。缓缓塞上浮选筒塞,若浮选筒上部的液体中仍含有泥沙,则应转移至洁净的浮选筒重复浮选直至没有泥沙。浮选结束后,将浮选筒上部全部内容物经 500 μm 不锈钢筛网分级后转移至玻璃抽滤瓶($\Phi=25$ mm),经 10 μm 不锈钢微孔滤膜($\Phi=25$ mm)抽滤收集。将浮选筒上部液体倒出时,应边倒边旋转浮选筒,并反复冲洗内壁。

8.2 测试样制备

8.2.1 用无水乙醇(5.1.11)将滤杯底部的残留物冲洗至玻璃样品瓶,将晾干后的不锈钢微孔滤膜塞进样品瓶中,超声波振荡器中处理 5 min。

8.2.2 用无水乙醇(5.1.11)将滤膜上的残留物冲回样品瓶中。使用恒温电热板 60 ℃ 将样品瓶中的液体完全挥干,室温储存。

8.3 测定

8.3.1 用无水乙醇(5.1.11)将 8.2.2 所获样品定容至 100 μL ~1 000 μL 作为浓缩样品,超声处理 30 s 后,立即吸取 100 μL 作为测试样品滴至标准反射窗片(5.2.5)上。用大玻璃烧杯将窗片完全罩住,静置,待乙醇完全挥发后进行检测。

8.3.2 将反射窗片置入激光红外成像系统样品仓内,样品台完成自动对焦后,根据图像选择检测区域。宜用 1 442 cm^{-1} 处固定波数对选定面积进行扫描。与红外光谱特征谱库的匹配度宜设置为 $\geq 75\%$,进行光谱的定性检索,并输出包括宽度、高度、粒径、纵横比、成分和匹配度等指标结果。

9 数据处理

9.1 水体微塑料丰度计算

9.1.1 采水器样品

采水器样品中微塑料丰度按公式(1)计算,计算结果保留 2 位小数。

$$A_1 = \frac{N \times V_1}{V_2 \times V_3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_1 ——养殖水体中微塑料丰度的数值,单位为个每升(ind/L);

N ——微塑料目标物总测定数量的数值,单位为个(ind);

V_1 ——浓缩样品体积的数值,单位为微升(μ L);

V_2 ——测试样品体积的数值,单位为微升(μ L);

V_3 ——不锈钢采水器采集水样体积的数值,单位为升(L)。

9.1.2 拖网样品

拖网样品中微塑料丰度按公式(2)计算,计算结果保留 2 位小数。

$$A_2 = \frac{N \times V_1}{V_2 \times V_4} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_2 ——水体中微塑料丰度的数值,单位为个每升(ind/L);

N ——微塑料目标物总测定数量的数值,单位为个(ind);

V_1 ——浓缩样品体积的数值,单位为微升(μ L);

V_2 ——测试样品体积的数值,单位为微升(μ L);

V_4 ——滤水量的数值,单位为升(L)。

滤水量按公式(3)计算。

$$V_4 = W \times H \times (f_i - f_o) \times k \times 1000 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_4 ——滤水量的数值,单位为升(L);

W ——网具网口宽度的数值,单位为米(m);

H ——网具网口高度,单位为米(m);

f_i ——流量计结束读数;

f_o ——流量计初始读数;

k ——流量计螺旋桨浆距的数值,单位为米(m)。

9.2 底泥微塑料丰度计算

底泥样品中微塑料丰度(干重)按公式(4)计算,计算结果保留 2 位有效小数。

$$A_3 = \frac{N \times V_1}{V_2 \times Q \times (1 - W_o)} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

A_3 ——底泥中微塑料丰度的数值,单位为个每千克(ind/kg);

N ——微塑料目标物个数的数值,单位为个(ind);

V_1 ——浓缩样品体积的数值,单位为微升(μ L);

V_2 ——测试样品体积的数值,单位为微升(μ L);

Q ——底泥样品称取量的数值,单位为千克(kg);

W_o ——底泥样品含水率的数值,单位为百分号(%)。

9.3 数据记录

统计 8.3.2 输出的测试结果,记录各微塑料成分、测定数量及粒径,并计算丰度。水体微塑料丰度记录表见附录 D 中表 D.1,底泥微塑料丰度记录表见表 D.2。

10 检测方法灵敏度、准确度和精密度

10.1 灵敏度

本方法可检出的微塑料最小粒径为 10 μ m。

10.2 准确度

水体空白样品添加粒径大小为 10 μm 、50 μm 、140 μm 、300 μm 、500 μm 的聚苯乙烯微球各 100 ind/L 时,混合标准品的回收率为 60.00%~80.00%。底泥空白样品添加粒径大小为 10 μm 、50 μm 、140 μm 、300 μm 、500 μm 的聚苯乙烯微球各 100 ind/kg 时,混合标准品的回收率为 60.00%~80.00%。

10.3 精密度

本方法批内回收率相对标准偏差 $\leq 10\%$,批间回收率相对标准偏差 $\leq 5\%$ 。

11 质量保证与控制

11.1 微塑料检测全过程避免使用塑料制品,所用器皿在使用前用一级水冲洗干净。若使用敞口容器时,应在使用过程中进行加盖或封口。检测流程见附录 E。

11.2 实验室质量控制要求进行实验全过程空白分析,以检查样品从采集到分析全过程是否受到污染。水体的空白样品为一级水,底泥的空白样品为提前制备的经完全消解和多次浮选后的底泥。要求采样前在实验室将水体和底泥的空白样品分别放入不锈钢储存桶和不锈钢样品盒中密封,将其带到采样现场与采集样品的储存容器同时开盖和密封,并随采集样品运回实验室同步进行实验。每批样品应至少测定一个全过程空白。

11.3 本文件准确度和精密度按 GB 17378.2 实验室空白加标法进行验证。按照 GB 17378.2 制备实验室空白加标的样品数为 10%~20%的样品总份数。

附录 A
(资料性)
PDA-纳米磁珠形貌图

PDA-纳米磁珠形貌见图 A.1~图 A.2。

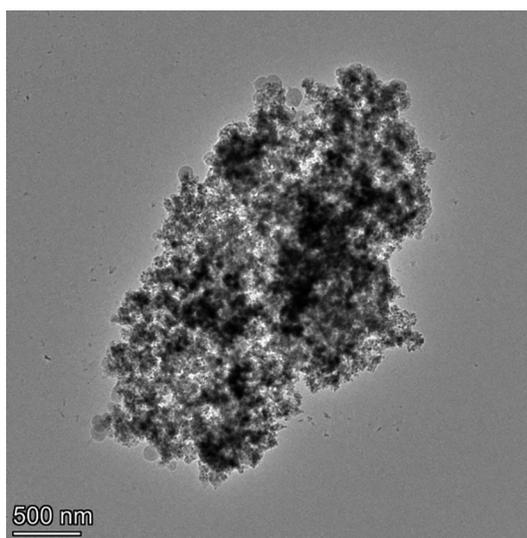


图 A.1 PDA-纳米磁珠透射电镜形貌图

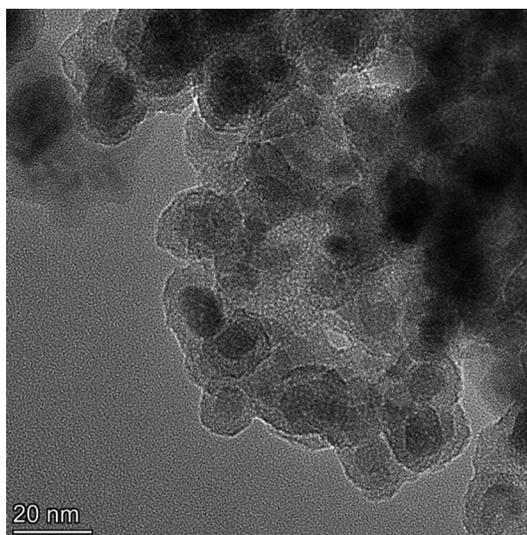


图 A.2 PDA-纳米磁珠透射电镜形貌图(局部放大)

附录 B

(资料性)

具塞柱形玻璃浮选筒示意图

具塞柱形玻璃浮选筒示意图 B.1。

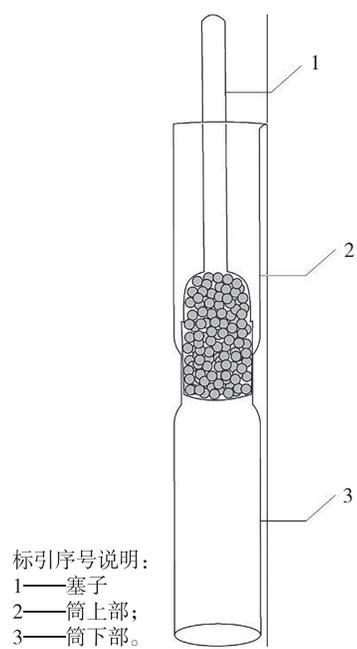


图 B.1 具塞柱形玻璃浮选筒示意图

附录 C

(资料性)

激光红外成像系统参数参考信息

激光红外成像系统的光源参数如下：

- a) 量子级联激光光源；
- b) 光谱范围：激光光源需覆盖 $1\ 800\ \text{cm}^{-1} \sim 975\ \text{cm}^{-1}$ 指纹区；
- c) 成像模式：快速激光直接成像，保证高能量输出；
- d) 成像类型：包括快速单波长大面积成像和全谱模式；
- e) 空间分辨率：不超过 $6\ \mu\text{m}$ (反射模式)；
- f) 高清晰的可见光摄像头观察模式，同时配置两个可见光摄像头，可以满足大面积区域观察和高分辨率下观察与拍摄；
- g) 高倍数放大光学系统：内置光学放大系统，无需改变物镜和样品；
- h) 对焦：红外和可见模式双重自动对焦；
- i) 检测器：MCT 检测器；
- j) 自动样品台，用户只需将样品插入，样品自动进行移动；
- k) 自动进行所有微塑料颗粒定位和全谱扫描并检索；
- l) 带有显微红外专用微塑料数据库，安装具备红外主机及相关部件的驱动及控制软件，以及实时数据采集、谱图预览、谱库管理、谱图处理功能等的红外专用分析软件，快速实现微塑料定性定量分析并自动获取统计学数据信息。

附 录 D

(资料性)

水产养殖环境(水体、底泥)中微塑料丰度记录表

D.1 水产养殖环境水体中微塑料丰度记录内容见表 D.1。

表 D.1 水产养殖环境水体中微塑料丰度记录表

采样日期:____年____月____日
 采水器样品 拖网样品 体积:____(L)
 网口宽度:____(m)
 流量计起始读数:____
 浓缩样品体积:____(μL)

样品编号:____
 分析日期:____年____月____日
 网口高度:____(m)
 流量计结束读数:____
 测试样品体积:____(μL)

成分		测定数量 ind	粒径均值±SD μm	丰度 A ind/L
总数		合计		

D.2 水产养殖环境底泥中微塑料丰度记录内容见表 D.2。

表 D.2 水产养殖环境底泥中微塑料丰度记录表

采样日期:____年____月____日
 样品湿重:____(kg)
 含水率:____(%)
 浓缩样品体积:____(μL)

样品编号:____
 样品干重:____(kg)
 分析日期:____年____月____日
 测试样品体积:____(μL)

成分		测定数量 ind	粒径均值±SD μm	丰度 A ind/kg
总数		合计		

附录 E

(资料性)

水产养殖环境(水体、底泥)中微塑料的检测流程

激光红外成像法测定水产养殖环境(水体、底泥)中微塑料的流程见图 E.1。

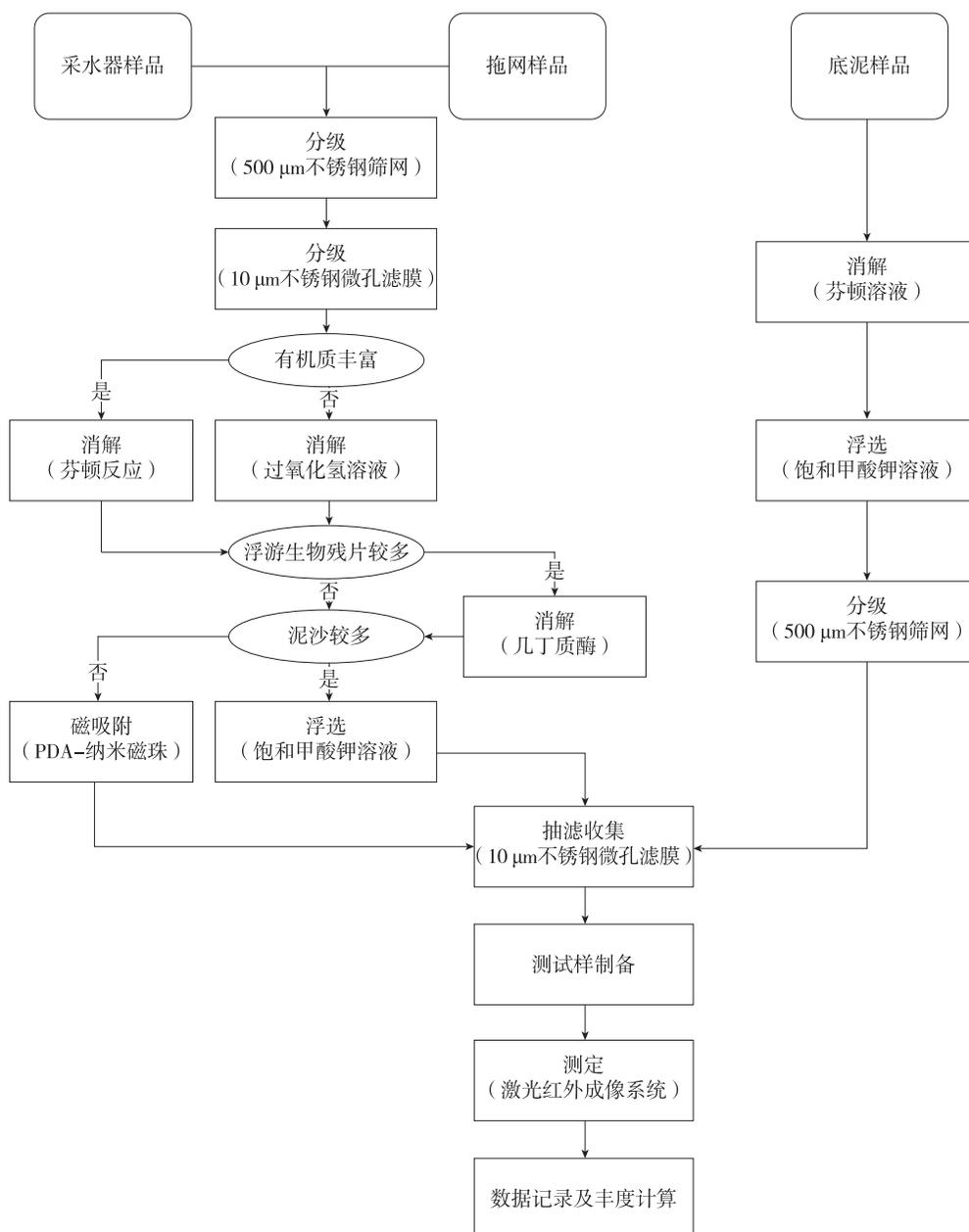


图 E.1 水产养殖环境(水体、底泥)中微塑料的检测流程