

团 体 标 准

T/GDSES XXXXX

海洋大气微塑料监测技术规程

Code of practice for marine atmospheric
microplastics monitoring

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

广东省环境科学学会 发 布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语与定义	1
4 监测程序	2
5 监测方案	2
6 仪器设备与材料	4
7 样品采集	6
8 样品保存与运输	8
9 样品分析	9
10 数据分析与计算	11
11 监测报告	13
附录 A（资料性） 海洋大气微塑料监测程序流程图	14
附录 B（资料性） 海洋大气微塑料监测记录表	15
附录 C（资料性） 海洋大气微塑料监测报告编制提纲	18

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。

请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由广东海洋大学、广西大学、延边大学、厦门大学、中国科学院南海海洋研究所、厦门蓝海天信息技术有限公司和广西壮族自治区海洋环境监测中心站提出。

本文件由广东省环境科学学会归口。

本文件起草单位：广东海洋大学，广西大学，延边大学，厦门大学，中国科学院南海海洋研究所和厦门蓝海天信息技术有限公司，广西壮族自治区海洋环境监测中心站。

本标准主要起草人：李承勇、徐向荣、赖育萍、李云龙、周静雅、余克服、蔡明刚、陈凯、李恒翔、刘晓东、江红蕾、代振清、孙瑞坤、黄荣永、柯宏伟、崔博文、刘双印、卢志勇、庄海东、蓝文陆、邓琰。

本文件首次制定。

海洋大气微塑料监测技术规程

1 范围

本文件确立了海洋大气微塑料监测的程序，规定了监测方案、仪器设备与材料、样品采集、样品保存与运输、样品分析、数据分析与计算和监测报告各阶段的操作指示，以及各阶段之间的转换条件。

本文件适用于近岸海域、港口区域以及开阔海域等海洋环境中，针对大气中悬浮态微塑料开展的主动式采样监测，以及针对大气沉降微塑料开展的被动式采样监测。

其他相关环境介质（如湖泊、河流等内陆水体上空大气）中微塑料的监测可参照执行。

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 3095 环境空气质量标准

GB/T 12763.2 海洋调查规范 第2部分：海洋水文观测

GB/T 12763.3 海洋调查规范 第3部分：海洋气象观测

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

HJ 618 环境空气 PM₁₀和PM_{2.5}的测定 重量法

HJ 1221 环境空气 降尘的测定 重量法

HJ 1263 环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法

3 术语与定义

GB 3095 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

海洋大气微塑料 *marine atmospheric microplastic*

存在于海洋上空大气中，空气动力学当量直径小于5 mm的塑料聚合物颗粒物，包括纤维、碎片、薄膜、发泡类等形态。

3.2

主动式采样 *active sampling*

利用动力装置（采样泵）以设定流量抽取环境空气，将空气中微塑料颗粒截留于特定孔径滤膜等过滤介质上的采样方法。

3.3

被动式采样 *passive sampling*

利用重力沉降原理，使用敞口收集容器在规定时间内自然收集大气沉降物（包括干沉降和湿沉降）中的微塑料的采样方法。

3.4

船载扇区采样 shipboard sector sampling

在船载平台上，为规避船舶自身排放对样品的污染，通过风向传感器控制采样器，仅在采样器进气口相对于船舶的特定角度范围为 $\pm 60^\circ$ 且满足一定风速条件时，才启动采样或标记为有效样品的采样技术。

3.5

全程序空白 whole procedure blank

将用于评估采样、运输及分析全过程背景污染的样品，该样品与实际样品经历相同的封装、运输、保存和分析流程，但不进行实际采样。

3.6

实验室空白 laboratory blank

在实验室内将经预处理的空白滤膜或空白试剂与实际样品同步进行前处理和分析的样品，用于评估实验室分析过程中的背景污染。

4 监测程序

4.1 程序确立

海洋大气微塑料监测工作程序由以下七个阶段依次构成：

- a) 监测方案；
- b) 仪器设备与材料；
- c) 样品采集；
- d) 样品保存与运输；
- e) 样品分析；
- f) 数据分析与计算；
- g) 监测报告。

各阶段应按a)～g)的顺序依次实施。各阶段之间的转换条件如下：

- 监测方案经评审通过后，方可进入仪器设备与材料准备阶段；
- 仪器设备与材料经检查校准确认满足要求后，方可进入样品采集阶段；
- 样品采集完成后，应立即进入样品保存与运输阶段；
- 样品运输至实验室并经接收检查合格后，方可进入样品分析阶段；
- 样品分析完成且质量控制指标合格后，方可进入数据分析与计算阶段；
- 数据分析与计算完成后，方可进入监测报告编制阶段。

海洋大气微塑料监测的程序流程参见附录A图A.1。

4.2 程序指示

各阶段的具体操作应按照第5章至第11章的规定执行。

5 监测方案

5.1 监测对象与分类

5.1.1 监测对象

本文件监测对象为海洋大气环境中的微塑料，包括以下两种形式：

- a) 悬浮态海洋大气微塑料：悬浮于海洋大气中，通过主动抽气方式截留于滤膜等过滤介质上的微塑料颗粒；
- b) 沉降态海洋大气微塑料：通过重力作用从海洋大气自然沉降或随降水落至收集容器中的微塑料颗粒。

5.1.2 分类指标

监测获取的微塑料按以下四个维度进行分类与统计：

- a) 形态：纤维（fiber）、碎片（fragment）、薄膜（film）、颗粒（granule）、发泡类（foam）等；
- b) 颜色：透明、白色、黑色、红色、蓝色、绿色、其他等；
- c) 聚合物成分：聚乙烯（PE）、聚丙烯（PP）、聚苯乙烯（PS）、聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）、聚氯乙烯（PVC）、聚酰胺（PA）等；
- d) 尺寸：微塑料的尺寸应小于 5 mm。

5.2 监测内容

监测工作应涵盖以下四个方面：

- a) 样品采集：按照主动或被动式采样方法，采集大气微塑料样品（滤膜样品或沉降液样品）；
- b) 气象与海况参数记录：按照 GB/T 12763.2 和 GB/T 12763.3 的规定，同步记录采样期间的风速、风向、气温、气压、湿度、降水情况及海况（浪高）；
- c) 污染源排查：记录采样平台（如船舶）周边的潜在污染源，包括烟囱排气、甲板作业活动等；
- d) 数据整理：建立样品编号与采样体积、暴露时长、环境参数的配套数据记录表。

5.3 监测前准备

监测方案确定后，应按方案要求开展以下准备工作：

- a) 资料收集：收集监测区域的海洋环境特征、气象气候资料及监测场景类型等信息，作为方案细化的依据；
- b) 物资准备：根据监测方案，准备采样设备、实验室分析仪器及试剂耗材等，并确认其状态满足监测要求。

5.4 监测区域与采样平台

5.4.1 监测区域

监测区域应具代表性，分为以下两类：

- a) 背景监测区：远离人类活动和污染源的远洋海域或岛礁，用于获取大气微塑料的背景水平；
- b) 人类活动影响区：港口、近岸工业区或航道附近，用于评估人类活动对海洋大气微塑料的输入贡献。

5.4.2 采样平台

采样平台分为船载移动平台和陆基固定站点，要求分别规定如下：

- a) 船载移动平台：采样器应安置在船舶顶层甲板或船艏甲板（上风向）位置。采样器进气口与船体排气烟囱口的水平距离不应小于 1.5 m，与雷达天线的水平距离不应小于 2 m；
- b) 陆基固定站点：采样口离地面高度应为 1.5 m~15 m，采样点周围 20 m 内应无高大障碍物，且应避开垃圾堆放点、焚烧点及交通干线。

5.5 监测时间与频率

5.5.1 单次采样时间

5.5.1.1 主动式采样

主动式采样的单次采样应符合以下规定：

——使用大流量采样器时（见 6.1），单次采样时间应不少于 12 h；

——使用中流量采样器时（见 6.1），累计采样体积应不少于 300 m³（标准状况下）。

船载采样应在船舶航行期间进行，以规避停泊时船舶自身排放对样品的污染。

5.5.1.2 被动式采样

单次暴露周期应为 15 d~30 d。

5.5.2 监测频率

监测频率要求如下：

a) 常规监测：监测频次与周期应根据监测目的确定。开展全年污染特征调查时，每个季节应至少开展一次连续监测（不少于 14 d），监测期间主动式采样每日采集一次样品；

b) 走航监测：依据航次计划，在不同海区（如边缘海、开阔大洋）应布设监测断面，实现航线的全覆盖监测。

5.6 干扰因素与应对措施

海洋大气微塑料监测易受环境及人为因素干扰，应采取以下应对措施：

a) 自身污染：采样人员衣物纤维脱落和设备塑料老化是误差源之一。采样人员应穿着棉质实验服，不应穿着抓绒等化纤类衣物；采样及前处理过程中使用的器材应为不锈钢、玻璃或陶瓷材质，不应使用塑料材质；

b) 船舶废气污染：船舶烟囱排放的烟气含有大量颗粒物，可能污染样品。应采用 3.4 规定的船载扇区采样控制，仅在相对风向为船艏方向±60° 范围内且相对风速大于 2 m·s⁻¹ 时启动采样；当顺风航行或停船漂航导致烟气回流时，应暂停采样；

c) 气象条件干扰：主动采样遇降雨时，应根据监测方案确定的目的，决定是否加装防雨罩或暂停采样；被动式采样缸的设计高径比应不小于 2，并加入适量固定液（如乙二醇）以防止样品吹出和蒸发。

注：降雨会洗脱大气颗粒，强风会导致被动沉降样品再悬浮。

6 仪器设备与材料

6.1 主动式采样设备

主动式采样应采用总悬浮颗粒物采样器，分为大流量采样器（采样流量范围为 0.8 m³·min⁻¹~1.2 m³·min⁻¹）和中流量采样器（采样流量范围为 50 L·min⁻¹~150 L·min⁻¹）。采样流量和采样时间的设定应按照 HJ 618 和 HJ 1263 的规定。

注：大流量采样器与中流量采样器的流量量级不同，其流量单位分别按行业惯例使用 m³·min⁻¹ 和 L·min⁻¹ 表述。

6.2 被动式采样装置

被动式采样应采用集尘缸，由采样漏斗和收集瓶两部分组成。集尘缸材质宜为 316L 不锈钢或高硼硅玻璃。集尘缸的设计与使用应按照 HJ 1221 的规定。

6.3 采样辅助设备

采样辅助设备应包括以下各项：

- a) 风向风速仪：用于监测采样期间的风速、风向；
- b) 全球定位系统（GPS）：用于记录采样点位坐标；
- c) 温湿度计：用于记录采样期间的气温和湿度；
- d) 气压计：用于记录采样期间的大气压；
- e) 秒表或计时器：用于记录采样时长。

6.4 采样材料与现场试剂

6.4.1 采样滤膜

滤膜使用前应在 450 °C 条件下灼烧 4 h~6 h，灼烧后冷却至室温，置于干燥器中保存备用。宜使用孔径为 1.6 μm 、直径为 47 mm 或 90 mm 的超细玻璃纤维滤膜。

6.4.2 样品保存材料

采集后的滤膜样品宜使用铝箔材质封口袋封装保存。

6.4.3 现场试剂

- a) 乙二醇（分析纯）：用于防止收集期间样品再悬浮、蒸发及冻结，抑制微生物，固定微塑料；
- b) 超纯水：电阻率不低于 18.2 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ (25 °C)，使用前应经 0.22 μm 滤膜过滤，用于现场冲洗滤膜表面样品。

6.5 分析仪器设备

6.5.1 前处理设备

样品前处理应配备以下设备：

- a) 烘箱：温控精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，用于滤膜干燥；
- b) 抽滤装置：用于样品过滤；
- c) 洁净工作台：用于样品前处理操作，防止空气中微塑料污染；
- d) 分析天平：感量 0.01 mg，用于称量。

6.5.2 分析仪器

6.5.2.1 体式显微镜

体式显微镜的最大放大倍数应不低于 40 倍，并配备成像分析软件。

6.5.2.2 傅立叶变换显微红外光谱仪

用于微塑料聚合物化学组分鉴定。仪器应满足以下要求：

- a) 检测器：汞镉碲（MCT）检测器；
- b) 波数范围：4000 cm^{-1} ~400 cm^{-1} ；
- c) 扫描次数：不少于 16 次；
- d) 分辨率：不低于 4 cm^{-1} ；
- e) 采集时间：不少于 3 s。

注：在反射模式下采集光谱。

6.6 分析材料与试剂

6.6.1 分析材料

分析材料如下：

- a) 滤膜：宜使用与采样滤膜同材质、同孔径的滤膜，用于样品前处理后的二次过滤；
- b) 载玻片与盖玻片：用于显微观察时样品的固定；
- c) 不锈钢镊子：用于操作滤膜和样品；
- d) 金镜（镀金反射镜）：用于傅立叶变换显微红外光谱仪反射模式下的样品承载与背景光谱采集。

6.6.2 试剂与配制

本文件中所用的试剂，除非另外规定，均应使用分析纯试剂；水为超纯水。

- a) 过氧化氢（ H_2O_2 ）：质量分数 30%，用于样品前处理中消解有机质；
- b) 无水乙醇：用于清洗器皿；
- c) 二价铁溶液（ Fe^{2+} 溶液）： $c(\text{Fe}^{2+}) \approx 0.05 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ，用于样品前处理消解反应。称取 7.5 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ，溶于 500 mL 经酸化（含约 3 mL 浓硫酸）的超纯水中，混匀。贮存于棕色试剂瓶中，应现用现配；
- d) 碘化钠饱和溶液：用于浮选分离微塑料。

6.7 器材洁净处理与人员防护

6.7.1 所有玻璃器皿使用前应经清洗、纯水润洗、干燥后封口备用。耐高温玻璃器皿应置于 450 °C 条件下灼烧 4 h，以去除有机背景碳及微塑料残留。

6.7.2 采样及分析人员应穿戴棉质实验服及无粉丁腈手套，不应穿着抓绒、聚酯纤维等高脱落率衣物靠近采样及分析区域。

7 样品采集

7.1 主动式采样

7.1.1 准备工作

作业前，应在洁净实验室内完成以下准备工作：

- a) 滤膜准备：在洁净工作台内，用不锈钢镊子将经见 6.4.1 规定预处理的滤膜装入铝箔封口袋中，折叠密封，编号并记录样品信息；
- b) 设备检查：对采样器进行气密性检查，确认无泄漏后校准采样流量，并对电源等配套设备进行功能性检查，确保设备正常运行。

7.1.2 现场采样步骤

7.1.2.1 环境检查

确认采样平台置于上风向或符合 3.4 规定的船载扇区采样角度要求，记录初始气象参数（风速、风向、气温、气压、湿度）。

7.1.2.2 装膜

穿戴棉质实验服和丁腈手套，站在采样器进气口的下风向一侧。清洁采样夹，用不锈钢镊子将滤膜毛面向上平铺于网托，压紧密封圈，旋紧顶盖。

7.1.2.3 启动采样

设定采样流量，启动采样器。记录开始时间、设定流量及流量计初始读数。

7.1.2.4 运行巡查

采样期间应每隔 4 h~6 h 巡查一次，检查采样流量和滤膜负荷。若流量下降超过设定流量的 10%，应检查原因并采取相应措施；若无法恢复，应更换滤膜后继续采样，并记录更换时间及流量读数。

7.1.2.5 结束采样

达到预设采样体积后，关闭采样器。记录结束时间、结束流量及流量计终止读数。

7.1.2.6 数据记录

现场采样数据应按附录 B 中表 B.1 的格式进行记录。

7.1.2.7 样品回收

采样结束后，用不锈钢镊子小心取下滤膜，将采集面向内对折，再对折一次，使采集面完全包裹在内。将折叠后的滤膜放回原铝箔封口袋中，封口密封，装入自封袋。在样品标签上注明样品编号、采样点位、采样日期、采样体积及采样人员等信息，贴于自封袋外。

7.1.3 全程序空白

全程序空白的设置按 3.5 的规定执行。全程序空白的数量要求见 7.1.4.2。主动式采样中，全程序空白以经预处理的空白滤膜为载体，安装于采样器中，安装方式与实际样品一致，但不启动抽气。样品采集结束后，按 7.1.2.7 的规定进行回收封装、储存、运输及分析。

7.1.4 质量控制

7.1.4.1 采样期间流量波动应控制在设定值的 $\pm 5\%$ 以内。若因滤膜堵塞导致流量下降超过设定值的 10%，应终止采样，并记录实际累计体积。

7.1.4.2 每批样品（不超过 10 个）应至少设置 3 个全程序空白，按 7.1.2.7 的规定进行回收封装。空白值超过样品平均值 10%时，应查明污染源并予以消除；无法消除污染源时，应重新采样。

7.1.4.3 在条件允许的平台，应设置双路平行采样。两台采样器进气口间距应为 2 m~4 m，同步采集。

7.2 被动式采样

7.2.1 收集液配制与集尘缸准备

被动式采样采用湿法收集方式。应按以下步骤配制收集液并准备集尘缸：

- a) 配制超纯水与乙二醇的混合液，乙二醇的体积分数为 10%；
- b) 将混合液注入洁净的集尘缸，注入量应使液面高度不低于缸体高度的 1/3，但不应超过缸体高度的 2/3；
- c) 用铝箔将缸口密封，保存备用。

7.2.2 现场操作步骤

7.2.2.1 集尘缸的安装

集尘缸底部应配有可调节的固定基座或配重装置，确保安装后缸口保持水平。

7.2.2.2 开始采样

去除缸口铝箔封膜后，操作人员应立即撤离采样点，避免人为活动造成污染。

7.2.2.3 暴露周期

暴露周期宜为 15 d~30 d。当遇台风、沙尘暴等极端天气时，应缩短暴露周期或暂停采样，并在记录中注明。

7.2.2.4 样品回收

暴露周期结束后，按以下步骤回收样品：

- a) 用超纯水反复冲洗集尘缸内壁，每次冲洗后应将冲洗液完全转移至棕色玻璃样品瓶中，重复 3 次；
- b) 将缸内残留的固定液一并转移至同一样品瓶中；
- c) 用铝箔封口后旋紧瓶盖，贴上样品标签。样品标签应注明样品编号、采样点位、采样日期及采样人员等信息，粘贴于最外层包装袋上。

7.2.2.5 数据记录

现场采样数据应按附录 B 中表 B.2 的格式进行记录。

7.2.3 全程序空白

全程序空白的设置按 3.5 的规定执行。全程序空白的数量要求见 7.2.4.3。被动式采样中，全程序空白以超纯水与乙二醇的混合液（体积分数 10%）为收集液，注入集尘缸后置于采样点旁，加盖不暴露于大气。样品采集结束后，按 7.2.2.4 的规定进行回收、封装、储存、运输及分析。

7.2.4 质量控制

7.2.4.1 集尘缸安装后缸口水平度偏差应不大于 0.5° ，并确保支架在强风或船舶颠簸条件下无倾倒或移位风险。

7.2.4.2 若同时采集湿沉降，应实时关注集尘缸容量，防止样品溢出。

7.2.4.3 每批样品（不超过 10 个）应至少设置 3 个全程序空白，按 7.2.2.4 的规定进行回收。空白值超过样品平均值 10% 时，应查明污染源并予以消除；无法消除污染源时，应重新采样。

8 样品保存与运输

8.1 包装要求

8.1.1 样品采集后的现场包装应按以下规定执行：

- a) 滤膜样品（主动式采样）：按 7.1.2.7 的规定进行包装；
- b) 沉降液样品（被动式采样）：按 7.2.2.4 的规定进行包装。

8.1.2 所有包装材料应清洁、干燥，避免引入微塑料污染。自封袋仅作为外层包装使用，不应替代样品容器的密封功能。

8.2 保存条件

8.2.1 样品采集后应立即置于 $4\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下避光。

8.2.2 样品运回实验室后，样品的具体贮存条件和方法应按 GB 17378.3 的规定执行。保存时间不超过 14 d 时，可于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下保存；超过 14 d 时，应于 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下冷冻保存。

注：低温保存的目的是延缓有机物降解和塑料老化。

8.3 运输要求

- 8.3.1 运输过程中应采取防震措施，玻璃样品瓶应使用缓冲材料（如泡沫、海绵等）固定，防止碰撞破碎。
- 8.3.2 运输全过程应保持冷链不间断。
- 8.3.3 样品送达实验室后，接收人员应检查样品包装是否完好，记录样品接收时间、样品状态及温度，并在样品流转记录上签字确认。

9 样品分析

9.1 总体要求

- 9.1.1 样品分析包括样品前处理和样品测定两个阶段。前处理方法应根据样品类型（主动式采样滤膜或被动式采样沉降液）按 9.4 的规定执行。
- 9.1.2 每个样品应取 3 个平行分析样进行测定，取 3 次测定结果的平均值作为该样品的最终检测结果。

9.2 方法概要

采用体视显微镜和傅立叶变换显微红外光谱仪对海洋大气微塑料进行定性与定量分析。样品经前处理分离有机物和矿物质等干扰物质后，将微塑料颗粒富集于滤膜上。通过体视显微镜对滤膜上的颗粒进行观察，完成微塑料的识别、计数及物理特征（形态、颜色、尺寸）记录；通过傅立叶变换显微红外光谱仪采集疑似微塑料颗粒的红外光谱，并与标准红外光谱图库比对，完成聚合物成分的鉴定。

9.3 试剂与材料

分析所用的所有试剂与材料应符合第6章的规定。

9.4 样品前处理

9.4.1 通用要求

样品前处理应在洁净工作台内进行，操作人员应穿戴棉质实验服和丁腈手套。所有器具使用前应经超纯水润洗，避免引入微塑料污染。

9.4.2 主动式采样滤膜样品

9.4.2.1 样品转移

在洁净工作台内，小心打开铝箔封口袋，用不锈钢镊子取出滤膜。将滤膜置于洁净烧杯中，加入适量超纯水（液面完全浸没滤膜），超声洗脱 5 min~10 min，将洗脱液连同滤膜一并转入下一步处理。

9.4.2.2 消解

向含有滤膜及洗脱液的烧杯中加入 20 mL $0.05 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Fe}^{2+}$ 溶液（配制见 5.6.2）和 20 mL 30% H_2O_2 溶液，加盖表面皿，在室温（20 °C~25 °C）下反应 10 min。若反应剧烈，可将烧杯置于水浴中冷却。若仍有有机质残留，可补加 H_2O_2 溶液，直至溶液澄清或无明显气泡产生。

9.4.2.3 过滤

将消解后的溶液经真空抽滤装置至孔径为 $1.6 \mu\text{m}$ 的滤膜上（滤膜材质与采样滤膜一致），用超纯水反复冲洗烧杯内壁和滤膜 3 次，将滤膜置于培养皿中，在 40 °C~60 °C 条件下烘干备用。

9.4.3 被动式采样沉降液样品

9.4.3.1 样品转移与浮选

将野外回收的收集液转移至烧杯。若样品中含有肉眼可见的泥沙等颗粒物，应使用密度分离法提取上清液：向烧杯中加入饱和碘化钠溶液使微塑料上浮，静置不少于 24 h 后取上层清液，转移至新烧杯中。

9.4.3.2 消解与过滤

按 9.4.2.2 和 9.4.2.3 的规定进行消解和过滤处理。

9.4.4 除盐处理

若样品中存在盐分干扰（如高盐度样品），可在消解前用超纯水进行多次透析洗脱除盐。每次透析至少更换 3 次超纯水，每次间隔不少于 4 h。

9.5 样品测定

9.5.1 物理特征分析

9.5.1.1 镜检条件

使用体视显微镜（见 6.5.2.1）对滤膜上的颗粒进行观察。

9.5.1.2 镜检步骤

按以下步骤进行镜检：

- 将滤膜置于体视显微镜载物台上，调节焦距至图像清晰；
- 将滤膜等分为 8 个扇区，随机选取 3 个扇区进行全视野镜检。若滤膜上颗粒密度大于 500 个/扇区时，可按“之”字形路径选取不少于 50% 的视野进行计数，统计后外推至全滤膜总丰度；
- 按 5.1.2 的规定，对每个疑似微塑料颗粒的形态、颜色和尺寸进行分类记录。尺寸测量时，以颗粒外接矩形的最长对角线长度作为该颗粒的尺寸；不规则形态颗粒应测量其多个方向上的最大长度，取最大值。纤维状颗粒应沿纤维轮廓测量其全长，并在中间位置测量宽度；
- 每个被识别的疑似微塑料颗粒均应拍照存档，保留图像电子文件；
- 将物理特征分析结果填写于附录 B 表 B.3 中。

9.5.2 微塑料鉴定

9.5.2.1 仪器条件

按 6.5.2.2 的规定设置傅立叶变换显微红外光谱仪参数。

9.5.2.2 样品制备

将经 9.4.2.3 烘干备用的滤膜从培养皿中取出，置于傅立叶变换显微红外光谱仪的样品架上，使滤膜紧贴金镜表面并位于同一平面。将样品架置于载物台上。

9.5.2.3 上机测试

按以下步骤进行上机测试：

- 打开测试软件，选择反射模式，检查仪器信号值，优化光路；
- 移动载物台，使红外光束对准金镜空白区域，按 9.5.2.1 设定的仪器条件采集背景光谱；
- 移动载物台，使疑似微塑料颗粒位于光束中心位置，调节焦距至图像清晰，按相同条件采集目标物红外光谱。

9.5.2.4 谱图分析

光谱数据处理、判定及结果记录步骤如下：

a) 将采集到的目标物红外光谱扣除金镜背景光谱，并进行 Kramers-Kronig 校正，得到疑似微塑料颗粒红外光谱图。

b) 将所有红外光谱与标准谱图库进行比对，按以下规则判定：

——匹配度 $\geq 70\%$ ：直接认定为对应聚合物种类；

——匹配度在 60%~70%之间的，应人工复核或辅助验证进一步确认。人工复核时，应选取样品不同部位重新采集光谱；辅助验证时，可采用显微拉曼光谱仪进行确认。经复核后匹配度仍低于 70%的，不予认定。

c) 完成所有疑似颗粒鉴定后，统计各聚合物种类的数量，将结果填写于附录 B 表 B.3 中。

9.6 质量保证与控制

9.6.1 实验室空白

实验室空白的设置按 3.6 的规定执行。每批样品（不超过 10 个）应至少设置 1 个实验室空白，制备要求如下：

a) 主动式采样：使用与采样同批次经预处理的空白滤膜，按照与样品前处理（9.4.2.2~9.4.2.3）相同的步骤进行制备；

b) 被动式采样：以超纯水作为空白收集液，按照与样品前处理（9.4.3.1~9.4.3.2）相同的步骤进行制备。

9.6.2 金镜空白检查

对未放置样品的空白金镜进行红外光谱扫描时，光谱图中不应出现明显的聚合物特征峰。若出现聚合物特征峰，应清洁金镜表面后重新扫描确认，确保金镜无本底干扰后方可使用。

9.6.3 精密度与准确度

精密度与准确度按照 GB 17378.2 的规定进行加标回收率测定。加标空白样品制备方法如下：向 500 mL 超纯水中加入适量已知成分的微塑料颗粒，制备至少 1 个实验室加标空白平行样，控制其微塑料丰度在 $5 \text{ items}\cdot\text{m}^{-3}$ ~ $15 \text{ items}\cdot\text{m}^{-3}$ 范围内。按照本标准规定的操作步骤完成定性与定量分析，计算不同微塑料组分的回收率和精密度（以相对标准偏差 RSD 计）。目标聚合物的加标回收率应在 80%~110%之间，相对标准偏差应小于 10%。

9.6.4 匹配度复核与确认

红外光谱匹配度在 60%~70%之间的疑似微塑料颗粒，按 9.5.2.4 b) 的规定进行人工复核或辅助验证。

10 数据分析与计算

10.1 目标物的定性分析

按 9.5.2.4 的规定执行，确认目标物的聚合物成分。

10.2 目标物的定量分析

汇总经 10.1 确认为微塑料的所有颗粒数量，按形态、颜色、聚合物种类分别统计，并记录于附录 B 表 B.3 中。

10.3 标准体积计算

主动式采样采集的采样体积，应按公式(1)换算为标准状态（273.15 K，101.325 kPa）下的体积：

$$V_{std} = (Q_{end} - Q_{start}) \times \frac{P_{avg}}{101.325} \times \frac{273.15}{273.15 + T_{avg}} \quad (1)$$

式中：

V_{std} ——标准状态下的采样体积，单位为立方米（ m^3 ）；

Q_{end} ——采样结束时流量计的累计读数，单位为立方米每小时（ $m^3 \cdot h^{-1}$ ）；

Q_{start} ——采样开始时流量计的累计读数，单位为立方米每小时（ $m^3 \cdot h^{-1}$ ）；

P_{avg} ——采样期间平均大气压，单位为千帕（kPa）；

T_{avg} ——采样期间平均气温，单位为摄氏度（ $^{\circ}C$ ）。

10.4 海洋大气微塑料丰度计算

10.4.1 悬浮态海洋大气微塑料丰度计算

主动式采样获得的悬浮态海洋大气微塑料丰度按公式(2)计算：

$$C = \frac{N - N_{blank}}{V_{std}} \quad (2)$$

式中：

C ——悬浮态微塑料丰度，单位为个每立方米（ $items \cdot m^{-3}$ ）；

N ——样品中检出的微塑料总数，单位为个（ $items$ ）；

N_{blank} ——全程序空白中检出的与实际样品具有相同颜色、形态和聚合物成分的微塑料数量，单位为个（ $items$ ）；

V_{std} ——标准状态下的采样体积，单位为立方米（ m^3 ）。

注：空白扣除时，应依据 9.5.1.2 和 9.5.2.4 的鉴定结果，对空白样品与实际样品中颜色、形态和聚合物成分三项均匹配的微塑料进行逐项对应扣除。

10.4.2 沉降态海洋大气微塑料通量计算

被动式采样获得的沉降态海洋大气微塑料沉降通量按公式(3)计算：

$$F = \frac{N - N_{blank}}{S \times D} \quad (3)$$

式中：

F ——沉降通量，单位为个每平方米每天（ $items \cdot m^{-2} \cdot day^{-1}$ ）；

N ——样品中检出的微塑料总数，单位为个（ $items$ ）；

N_{blank} ——全程序空白中检出的与实际样品具有相同颜色、形态和聚合物成分的微塑料数量，单位为个（ $items$ ）；

S ——集尘缸口面积，单位为平方米（ m^2 ）；

D ——暴露天数，单位为天（ d ）。

注：空白扣除时，应依据 9.5.1.2 和 9.5.2.4 的鉴定结果，对空白样品与实际样品中颜色、形态和聚合物成分三项均匹配的微塑料进行逐项对应扣除。

10.5 结果表示

微塑料丰度结果保留两位小数；计数结果取整数。

11 监测报告

11.1 报告内容

监测报告应包括以下内容：

- a) 监测区域及调查单元信息；
- b) 监测方法（包括采样方法、分析方法及质量控制措施）；
- c) 微塑料的形态、颜色、尺寸分布、数量丰度及空间分布；
- d) 数据统计与处理流程；
- e) 质量控制结果；
- f) 现场采样记录与分析记录。

11.2 报告格式

监测报告的格式应符合附录 C 的规定。

11.3 报告提交

监测报告应提交电子版和纸质版各一份，并按档案管理要求归档，确保可查询、可追溯。

附录 A
(资料性)
海洋大气微塑料监测程序流程图

海洋大气微塑料监测的程序流程图见图 A. 1。

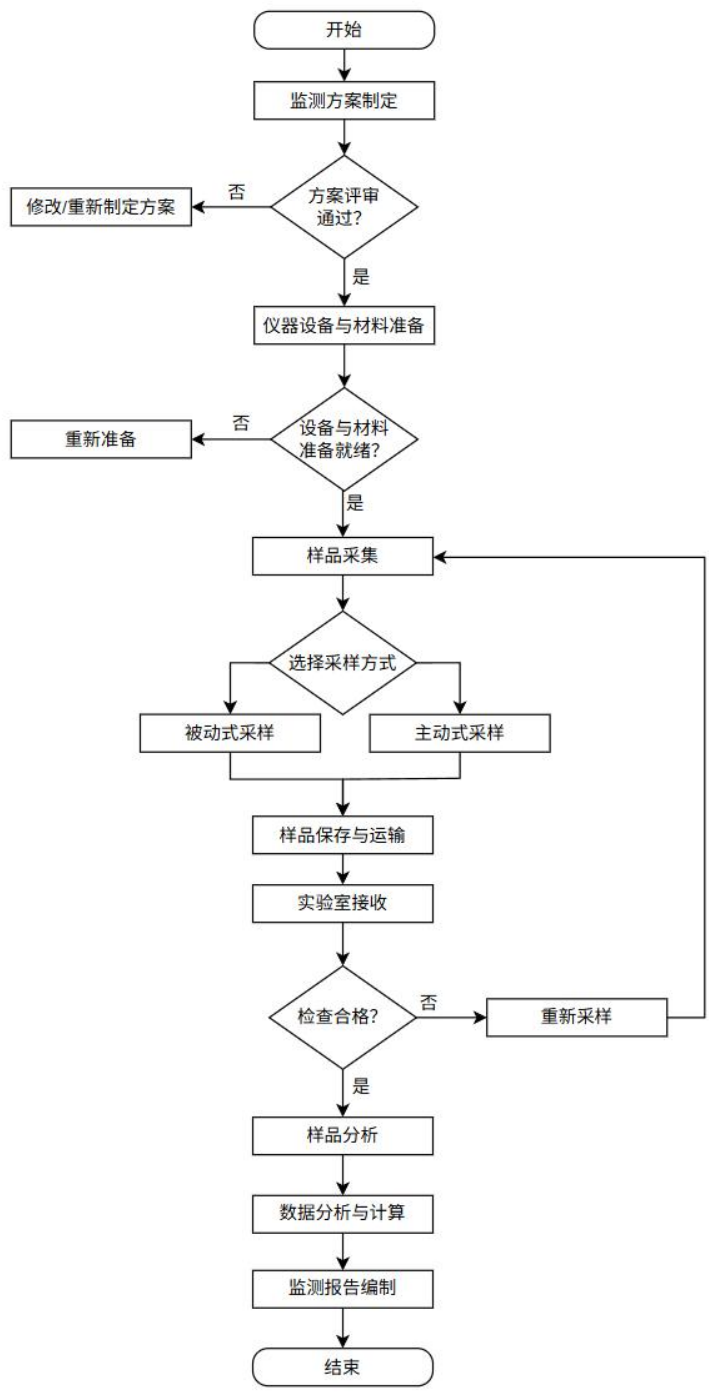


图 A. 1 海洋大气微塑料监测的程序流程图

附录 B

(资料性)

海洋大气微塑料监测记录表

海洋大气微塑料主动式采样现场记录样式见表 B.1。

表 B.1 海洋大气微塑料主动采样现场记录

项目名称：_____		采样开始时间（HH:MM）：_____	
站点/样号：_____		采样结束时间（HH:MM）：_____	
采样区域：_____		起点经纬度：_____	
航次：_____		终点经纬度：_____	
采样日期（YYYY-MM-DD）：_____		航速/航向：_____	
相对风向：_____		气温/气压（℃/kPa）：_____	
天气/海况：_____		遇雨是否暂停采样：_____	
采样器编号		采样高度，m	（距甲板）
滤膜编号		流量计校准因子（k）	
滤膜信息	（材质，孔径， μm ）		
流量计读数（Q）	初始值（HH:MM）		
	结束值（HH:MM）		
	累计时长（min）		
体积	采集状态体积， m^3	滤膜回收状态（完好、破损、变黑）	
	标准状况体积， m^3		
备注：			

记录者：_____

校对者：_____

审核者：_____

海洋大气微塑料被动式采样现场记录样式见表 B. 2。

表 B. 2 海洋大气微塑料被动采样现场记录

项目名称：_____		采样开始时间（HH:MM）：_____	
站点/样号：_____		采样结束时间（HH:MM）：_____	
采样区域：_____		经纬度：_____	
航次：_____		航速/航向：_____	
采样日期（YYYY-MM-DD）：_____		气温/气压，℃/kPa：_____	
相对风向：_____		遇雨是否暂停采样：_____	
天气/海况：_____			
采样器编号		采样器内径，cm	
滤膜编号		采样器横截面积，m ²	
收集类型	（干沉降、湿沉降、干湿沉降）		
收集时间，day			
体积	采集状态体积，m ³	收集液状态	
	标准状况体积，m ³		
备注：			

记录者：_____

校对者：_____

审核者：_____

海洋大气微塑料分析记录样式见表 B.3。

表 B.3 海洋大气微塑料分析记录表

样品编号：_____ 样品名称：_____ 分析方法：_____ 分析日期：_____年_____月_____日 共_____页 第_____页

编号	形态				颜色	尺寸 μm	聚合物类型							
	纤维	碎片	颗粒	其他										

记录者：_____ 校对者：_____ 审核者：_____

附 录 C
(资料性)
海洋大气微塑料监测报告编制提纲

海洋大气微塑料监测报告编制提纲：

C.1 报告封面格式

C.1.1 文本规格

监测报告规格为 A4 (210 mm×297 mm)。

C.1.2 封面格式

封面应包括以下信息：

- a) 监测区域名称或航次编号；
- b) 报告编制单位名称；
- c) 报告编制日期。

C.2 海洋大气微塑料评价报告章节内容

报告应根据监测目的、监测内容和实施情况编制，一般包括以下章节：

C.2.1 前言

简要说明监测工作的背景和基本情况，包括但不限于：

- a) 监测任务来源；
- b) 监测任务承担单位；
- c) 监测区域概况及航次信息；
- d) 监测时间、频次及实施过程概述。

C.2.2 监测方案

概述监测方案的主要内容（参见第 5 章），包括：

- a) 监测区域与站点布设；
- b) 监测时间与频率；
- c) 采样方法（主动式/被动式）；
- d) 监测内容与项目。

C.2.3 监测仪器与设备

概列出本监测任务所使用的仪器设备（参见第 6 章），包括：

- a) 采样设备；
- b) 分析仪器；
- c) 主要材料与试剂。

C.2.4 监测方法

描述样品采集、样品保存与运输、样品分析的全过程（参见第 7 章、第 8 章、第 9 章）。

C.2.5 质量控制

说明本监测任务所采取的质量控制措施及结果。质量控制措施涵盖采样及分析全流程，具体要求参见第 7 章 7.1.4、7.2.4 及第 9 章 9.6。

C.2.6 监测结果与分析

对监测数据进行统计、分析与展示：

- a) 微塑料丰度或沉降通量；
- b) 空间分布特征（附空间分布图）；
- c) 微塑料的形态、颜色、尺寸及聚合物成分特征。

C.2.7 结论与建议

主要包括：

- a) 主要结论：概括监测区域大气微塑料的污染水平及主要特征；
- b) 存在问题：指出监测中发现的异常情况或需要关注的问题；
- c) 建议：提出后续监测或管理的建议。

C.3 附件

C.3.1 附表

包括附录 B 中的现场记录表（表 B.1、表 B.2）和分析记录表（表 B.3）。

C.3.2 附图

包括监测站位图、微塑料空间分布图等。附图中应标明指北针、图例及比例尺。

C.3.3 其他

参考文献及其他支撑材料。
