

ICS 01.040.13  
CCS Z10

T/SSSC

中国土壤学会团体标准

T/SSSC 0 —2026

土壤中聚对苯二甲酸-己二酸丁二酯  
(PBAT) 纳塑料 (<100 nm) 丰度定量  
检测技术规范 纳米红外光谱法

Technical Specification for Quantitative Detection of Poly (butylene adipate-co-terephthalate) (PBAT) Nanoplastics (<100 nm) in Soil - Nanoscale Infrared Spectroscopy

(征求意见稿)

2026-XX-XX 发布

2026-XX-XX 实施

中国土壤学会 发布

# 目 次

前 言.....	III
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	2
5 试剂与材料.....	2
6 仪器和设备.....	2
7 仪器工作参考条件.....	3
8 分析步骤.....	3
9 分析测定.....	4
10 结果计算.....	5
11 质量控制.....	5
12 精密度和准确度.....	6
13 其他.....	6

# 叻 詢

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。

本文件由中国土壤学会提出并归口。

本文件起草单位：浙江工业大学、浙江茵创新材料科技有限公司、浙江冠都新材料科技有限公司（原名：温州冠都包装有限公司）、新疆蓝山屯河降解有限公司、中国科学院南京土壤研究所。

本文件主要起草人：潘响亮，周倩，张明，冯杰，马双翼，王亮，陈以岳，金海英，妥贵芹，彭江洪，涂晨。

# 土壤中聚对苯二甲酸-己二酸丁二酯（PBAT）纳塑料（<100 nm） 丰度定量检测技术规范 纳米红外光谱法

## 1 范围

本文件规定了测定土壤中聚对苯二甲酸-己二酸丁二酯（PBAT）纳塑料（<100 nm）的方法。

本文件适用于土壤复杂基质中纳塑料（<100 nm）的测定，测定的粒径范围为 1-100 nm。

## 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。

DB37/T 4684—2023 海滨滩涂微塑料监测技术规范

T/CSTM 00885-2024 土壤中微塑料的测试 傅里叶变换显微红外光谱法

GH/T 1328-2022 农田地膜源微塑料残留量的测定

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

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 纳塑料（<100 nm） Nanoplastics (<100 nm)

直径范围在 1-100 nm 的 PBAT 塑料颗粒。

### 3.2 纳塑料丰度（<100 nm） Nanoplastics abundance (<100 nm)

单位土壤质量中含有纳塑料（1-100 nm）的数量。本标准中，以每千克土壤（干重）中纳塑料（<100 nm）的个数表征。

### 3.3 纳塑料形貌（<100 nm） Morphology of nanoplastics (<100 nm)

纳塑料（1-100 nm）的形貌主要包括圆度和长径比。圆度：根据计算公式（ $4\pi \times \text{颗粒面积}$ ）/颗

粒周长。圆度介于 0 到 1 之间，其中 1 表示完全圆形，而 0 表示完全不圆；长径比：最大直径（长轴）与最小直径（短轴）的比值。

#### 4 呷淫吁璁

本标准采用双密度分离法结合原子力显微镜-纳米红外光谱成像技术，测定土壤中粒径为 1-100 纳米的纳塑料。该方法的核心原理在于利用目标纳塑料与土壤基质（如有机质和矿物颗粒）的密度差异，通过选择密度低于和高于目标物密度的浮选液进行双密度浮选分离，从而去除干扰组分，富集潜在的纳塑料目标物。随后，将富集浓缩的样品分散于乙醇溶液中并制备于金片基底上，借助原子力显微镜-纳米红外光谱成像系统，依据目标纳塑料（PBAT）的特征官能团（例如 PBAT 在  $1602\text{ cm}^{-1}$  处的苯环峰和  $1720\text{ cm}^{-1}$  处的羰基峰）进行化学成像。通过对不同特征官能团的空间成像图进行叠加分析，可准确识别目标物。最终，利用 Image J 软件对成像结果进行数量统计，以此定量分析土壤中纳塑料的丰度。本标准适用于检测 3.1 中所述纳塑料类型与尺寸范围。

#### 5 谷劭买泉旻

本标准所用试剂。除非特别标注，均使用优级纯试剂，水为去离子水或等效纯水。

5.1 氯化钠（NaCl），氯化锌（ZnCl<sub>2</sub>）。

5.2 无水乙醇：其所含乙醇分数不低于 99.5%。

5.3 焦磷酸钠：浓度为  $0.5\text{ mol L}^{-1}$ 。

5.4 氢氧化钠：浓度为  $0.5\text{ mol L}^{-1}$ 。

5.5 十二烷基硫酸钠（SDS）：浓度为  $0.0001\text{ mol L}^{-1}$ 。

#### 6 吡囊哮说窗

6.1 真空抽滤装置：包括真空泵、抽滤瓶和抽滤器。

6.2 不锈钢筛网，孔径为 1 mm。

6.3 滤膜：孔径为  $0.1\text{ }\mu\text{m}$  聚四氟乙烯滤膜。

6.4 磁力搅拌器。

6.5 超声设备，频率 40-60 千赫兹（KHz）。

6.6 超滤管，3000 道尔顿（Da）。

6.7 高速离心机，8000r/min 以上。

6.8 玻璃试管，容量 10 ml。

6.9 镀金硅片，10×10 mm。

6.10 原子力显微镜结合纳米红外光谱成像系统：NIR2 探针，接触模式，光谱范围覆盖 900-3600  $\text{cm}^{-1}$ 。

6.11 真空干燥器。

6.12 天平。

## 7 原子力显微镜结合纳米红外光谱成像系统

原子力显微镜结合纳米红外光谱成像系统，共振频率为  $13 \pm 4$  kHz，弹簧常数为 0.07-0.40  $\text{N m}^{-1}$ 。采用 Analysis Studio 软件进行数据的收集和分析。其在光谱采集前，先进行 900-3600  $\text{cm}^{-1}$  波段的 IR 背景采集，光谱分辨率为 4  $\text{cm}^{-1}$ ，激光强度设置为 9.03%。采用 NIR2 探针以接触模式，基于目标塑料红外光谱，对官能团进行信号优化，直至优化信号出现一个中心圆点信号。随后对各官能团成像扫描，选中目标通道“IR-Amplitude”，扫描速率为 0.3 Hz，采集次数为 16 次，分辨率为 300×300 pts，成像大小为 5×5  $\mu\text{m}$ 。

## 8 塑料提取

8.1 土样预分选：将土壤样品风干后研磨过孔径 1 mm 筛，准确称取 50~100 g。

8.2 纳塑料 (<100 nm) 提取：根据生物降解塑料密度，选择密度低于和高于目标物密度的浮选液（如 NaCl-ZnCl<sub>2</sub> 溶液），采用双密度浮选-过滤联合法分离富集土壤基质中塑料组分。首先，向准备的土壤样品中加入分散剂（碱性土：焦磷酸钠 0.5 mol L<sup>-1</sup>；酸性土：氢氧化钠 0.5 mol L<sup>-1</sup>）进行分

散，去除塑料颗粒表面潜在附着的矿物；其次，使用 NaCl 盐溶液（优级纯）浮选，一般地，PBAT 基塑料的密度约为  $1.25 \text{ g m}^{-3}$ ，考虑到 PBAT 可能会因为降解造成密度降低，所以体系浮选液密度控制在  $1.1 \text{ g mL}^{-1}$ ，土样与浮选液的料液比为 1:10（体积比），此时纳塑料颗粒会通过阳离子架桥作用发生团聚、沉淀，室温静置直至界面清晰（不少于 24 h）后收集底部沉淀物，舍去上层轻组有机质层；再将底部沉淀物加入密度更高的  $\text{ZnCl}_2$ （ $\rho=1.6 \text{ g mL}^{-1}$ ，优级纯）溶液浮选，超声 20 min 后，室温静置直至界面清晰（不少于 24 h），收集上浮液，舍去底部重组土壤矿物颗粒，此时获得密度在  $1.1\text{-}1.6 \text{ g mL}^{-1}$  的悬浮物质。此时 PBAT 纳塑料（ $<100 \text{ nm}$ ）连同大粒级的微纳塑料则富集在该密度区间的溶液中。以上两个浮选步骤需设置无纳塑料添加的对照组，并使用精密称重法分别评估浮选液中有机质及矿物颗粒去除率，去除率 $>95\%$ 为合格，否则需再次浮选或缩小盐溶液密度范围。

8.3 纳塑料（ $<100 \text{ nm}$ ）纯化：将上述收集的溶液加入  $0.1 \text{ mM}$  的 SDS，以  $200 \text{ r min}^{-1}$  的转速搅拌 5 min 后，超声 30 min 分散，然后采用较大孔径（如  $0.45 \mu\text{m}$ ）滤膜进一步去除潜在矿物颗粒、有机质组分和较大微纳塑料颗粒等大粒径干扰物，再使用  $0.1 \mu\text{m}$  聚四氟乙烯（PTFE）滤膜真空抽滤，使用超纯水多次冲洗滤膜继续进行抽滤，直至滤液全部过滤完成；收集滤液，使用  $3000 \text{ Da}$  超滤管，在  $8000 \text{ r min}^{-1}$  的转速下，离心 15 min，以去除滤液中的盐分及潜在的有机质组分，再加入适量的超纯水，重复以上操作不少于 3 次，以确保盐分去除干净；再用 75%乙醇超声洗脱超滤管滤膜上的物质 5-10 min 并转移至玻璃试管（6.8）中，挥发浓缩至 5 mL。

8.4 纳塑料（ $<100 \text{ nm}$ ）分散：由于纳塑料（ $<100 \text{ nm}$ ）在溶液环境中易团聚，因此需要对纳塑料（ $<100 \text{ nm}$ ）进行进一步分散。取  $100 \mu\text{L}$  纳塑料（ $<100 \text{ nm}$ ）富集溶液，加入  $0.1 \text{ mM}$  的 SDS，以  $200 \text{ r min}^{-1}$  的转速搅拌 5 min 后，超声 30 min 分散。

8.5 基材制备：将处理后的样品取  $6 \mu\text{L}$  滴至镀金硅片上（3 滴，每滴约  $2 \mu\text{L}$ ，相互不覆盖）晾干。

## 9 割秘浸导

9.1 将含有目标物的金片置于原子力显微镜纳米红外成像仪器样品仓的磁铁样品架上，按照第

7 条的仪器工作参考条件，根据目标物的特征官能团（苯环 1602 cm<sup>-1</sup>、羰基 1720 cm<sup>-1</sup> 等），分别对其进行光谱成像，扫描面积不小于 5×5 μm，且不少于 3 个扫描面，运用仪器的 Analysis Studio 软件调整信号值，以 0 为界限，0 以上的信号代表有目标官能团信号，设置为暖色调，0 以下代表无目标官能团信号，设置为冷色调；

9.2 将分别获得的目标物特征官能团空间成像图进行叠图处理后，统计共存官能团的颗粒，确定纳塑料（<100 nm）。

## 10 验证调篡

10.1 用 Image J 软件对叠图中共存官能团的颗粒数量进行统计，获得纳塑料（<100 nm）数量。

根据公式（1）计算土壤中纳塑料（<100 nm）的丰度（单位：个 kg<sup>-1</sup>），丰度结果保留小数点后一位有效数字：

$$N = \frac{S \times n}{S_1} \times \frac{L}{L_1} \times D / M_s \quad (1)$$

式中：

$N$ ——纳塑料（<100 nm）颗粒数量丰度，单位为：个 kg<sup>-1</sup>（土，干重）；

$S$ ——滤液滴至金片面积，单位为平方微米（μm<sup>2</sup>）；

$S_1$ ——扫描面积，单位为平方微米（μm<sup>2</sup>）；

$n$ ——扫描面积中的纳塑料（<100 nm）颗粒个数，单位为个；

$L$ ——溶液总体积，单位为毫升（mL）；

$L_1$ ——检测体积，单位为毫升（mL）；

$D$ ——稀释倍数；

$M_s$ ——土壤等固体样本质量。

10.2 用 Image J 软件对叠图中共存官能团的颗粒圆度和长径比进行统计，获得纳塑料（<100 nm）形状特征。

## 11 越銀推翻

11.1 每批样品应做全程序空白，每批次空白样品不少于 3 个。如果测定结果表明全程序有不可忽略的玷污，应查明污染源来源并进行消除。

11.2 每批样品应做空白基质干扰验证，为避免土壤潜在基质干扰，实验过程中设置一组无塑料颗粒的背景土壤样品，按照上述步骤全流程操作，以排除土壤背景基质对纳塑料识别过程的干扰。

若出现土壤背景基质干扰，需要结合纳颗粒的纳米热学或力学性质进行二次识别。

11.3 在纳塑料纯化过程中（8.3），若抽滤 0.1  $\mu\text{m}$  滤膜时出现堵膜情况，需要及时冲洗滤膜或更换新的滤膜。

11.4 应特别注意实验室污染对实验结果的影响，实验前使用酒精擦拭实验台，润洗容器铝箔封口，操作实验过程中应全程穿着棉质实验服。若中途停止实验，需将容器用铝箔封口。

## 12 素龙奔哮创磐奔

精密度和准确度根据实验室空白加标法进行测定。样品的制备方法是将适量（颗粒浓度）PBAT 纳塑料（ $<100\text{ nm}$ ）碎片加入 10.0 g 纯净无污染土壤中，制备 7 个空白加标的平行样，按本文件规定的操作步骤进行分析。在密度分离、膜过滤富集、Au 基底转移及 AFM-IR 成像等多个步骤中，分别评估其回收率，系统分析样品前处理及检测流程中纳塑料的潜在损失情况，以提高方法结果的可追溯性和可靠性。每个步骤的加标回收率应在 85.0%~120% 之间。

## 13 渐伸

13.1 空白实验：每批次样品设置流程空白与基质空白；

13.2 重复样品：每批样品应至少做 10% 的平行样品测定，样品数不足 10 个时，每批样品应至少做一个平行样品测定，两个平行样品的测定结果的差值的绝对值应不大于平均值的 20%，否则应重新测定。

13.3 仪器校准：定期使用聚苯乙烯标准膜（厚度 0.04 mm，通光口径  $10\times 35\text{ mm}$ ）进行光谱波长与强度校准。