

ICS 01.040.13
CCS Z10

T/SSSC

中国土壤学会团体标准

T/SSSC 043—2026

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

Technical Specification for Abundance Quantification of Poly(butylene adipate-
co-terephthalate) (PBAT) Nanoplastics in Soil—Nanoscale Infrared
Spectroscopy

2026-09-23 发布

2026-09-23 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.....	3
7 分析步骤.....	3
8 分析测定.....	4
9 统计分析.....	5
10 质量控制.....	5

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）纳塑料的方法。

本文件适用于土壤复杂基质中纳塑料的测定，测定的粒径范围为小于 1 μm （具体下限根据该类仪器分辨率）。

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。

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

DB21/T 2751—2017 海水中微塑料的测定 傅立叶变换显微红外光谱法

DB13/T 6280—2026 农田土壤微塑料监测技术规范

DB46/T 727—2026 农用地土壤微塑料监测技术规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

纳塑料 Nanoplastics

粒径小于 1 μm 的塑料颗粒。

3.2

纳塑料丰度 Nanoplastic abundance

单位质量土壤（干重）中纳塑料颗粒的个数，依据 GH/T 1328—2022 规定以“个 kg⁻¹（干土）”表示。

3.3

纳塑料形貌 Nanoplastic morphology

形貌参数主要包括圆度和长径比。圆度 $C = 4\pi A/P^2$ ，式中 A 为颗粒投影面积，P 为颗粒投影周长；C 介于 0~1，趋近 1 表示颗粒趋于正圆，趋近 0 表示趋于细长或不规则；长径比：最大直径（长轴）与最小直径（短轴）的比值。

4 方法原理

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，测定土壤中粒径小于 1 μm 的纳塑料，其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依次进行浮选分离，去除干扰组分，富集纳塑料目标物。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 PBAT 的特征官能团红外光谱信号（如 1602 cm⁻¹ 的苯环峰、1720 cm⁻¹ 的羰基峰等）进行纳米尺度光谱成像及图像叠加分析，准确识别目标物。利用 ImageJ 软件对图像进行纳塑料丰度和形貌统计分析。

5 试剂与材料

本文件所用试剂，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，所有试剂溶液使用前均经截留分子量（MWCO）3000 Da 的超滤膜过滤。

5.1 氯化钠（NaCl）溶液：密度 1.1 g cm⁻³（浓度约 152.9 g L⁻¹）。

5.2 氯化锌（ZnCl₂）溶液：密度 1.6 g cm⁻³（浓度约 850.0 g L⁻¹）。

5.3 乙醇溶液：75%（体积分数）水溶液。

5.4 焦磷酸钠：浓度为 0.5 mol L⁻¹。

5.5 十二烷基硫酸钠（SDS）：浓度为 0.1 mmol L^{-1} 。

5.6 PBAT 纳塑料标准品：粒径几 nm ~ $1 \text{ }\mu\text{m}$ ，其中 $0.1\sim 1 \text{ }\mu\text{m}$ 粒径范围的颗粒浓度约为 9.5×10^3 个 mL^{-1} ； $<0.1 \text{ }\mu\text{m}$ 粒径范围的颗粒浓度约为 1.4×10^3 个 mL^{-1} （具体颗粒浓度以标准物质标注为准）。

6 仪器和设备

6.1 抽滤装置：真空抽滤泵、抽滤瓶和抽滤器。

6.2 筛网：不锈钢筛网，孔径为 1 mm 。

6.3 滤膜：聚四氟乙烯滤膜，孔径为 $1 \text{ }\mu\text{m}$ 。

6.4 搅拌器：磁力搅拌器。

6.5 清洗器：超声波清洗器，频率 $40\sim 60 \text{ kHz}$ 。

6.6 超滤管： 3000 Da 超滤管。

6.7 离心机：高速离心机， 8000 r min^{-1} 以上。

6.8 试管：玻璃试管，容量 10 mL 。

6.9 硅片：镀金硅片， $10 \text{ mm}\times 10 \text{ mm}$ 。

6.10 原子力显微镜—红外光谱仪联用成像系统（AFM—IR）：NIR2 探针，接触模式，光谱范围 $900\sim 3600 \text{ cm}^{-1}$ 。

6.11 干燥器：真空干燥器。

6.12 天平：电子天平，感量 0.001 g 。

7 分析步骤

7.1 土样预分选：将土壤样品按 DB13/T 6280—2026 的规定风干，研磨过孔径 1 mm 筛，准确称取过筛后的土壤 $50\sim 100 \text{ g}$ 。

7.2 纳塑料提取：选择密度低于和高于目标物密度的浮选液（如 NaCl 和 ZnCl_2 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。向准备的土壤样品中加入 0.5 mol L^{-1} 焦磷酸钠

分散；使用 NaCl 溶液浮选，固液比 1:10（质量体积比），室温静置直至固液界面清晰（不少于 24 h）后，收集沉淀物，加入 ZnCl₂ 溶液，固液比 1:10（质量体积比），冰浴超声 5 min（功率不大于 100 W），室温静置直至界面清晰（不少于 24 h），收集上清液，为纳塑料粗提液。

7.3 纳塑料纯化：在粗提液中加入 0.1 mmol L⁻¹ 的 SDS 溶液，以 200 r min⁻¹ 的转速搅拌 5 min，冰浴超声分散 5 min（功率不大于 100 W），然后采用 1 μm PTFE 滤膜过滤，期间使用超纯水多次冲洗滤膜和滤杯。收集滤液，使用 3000 Da 超滤管，在 8000 r min⁻¹ 的转速离心 15 min，加入适量超纯水超滤清洗，重复上述清洗步骤不少于 2 次。向超滤管中加入适量的 75%乙醇溶液冰浴超声 5 min（功率不大于 100W），将溶液转移至洁净玻璃试管中，室温水浴/氮气辅助挥发，参考 SC/T 9452—2025，用乙醇溶液定容至 5.00 mL。

7.4 纳塑料分散：取 100 μL 上述浓缩液，加入 0.1 mmol L⁻¹ 的 SDS 定容至 1 mL，以 200 rpm 的转速搅拌 1 min 后，冰浴超声 5 min 分散（功率不大于 100 W）。

7.5 样品负载：取 6 μL 上述超声分散后样品分数次滴至镀金硅片不同微域（不少于 3 个），在超净台晾干。

8 分析测定

8.1 仪器工作参数

原子力显微镜—红外光谱仪联用成像系统，共振频率 13 ± 4 kHz，弹簧常数 0.07~0.40 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 cm⁻¹ 波段的 IR 背景采集，光谱分辨率 4 cm⁻¹，激光强度 5~15%。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 0.3 Hz，采集次数 15 次以上，分辨率 300 像素点×300 像素点以上。

8.2 样品扫描成像

将负载纳塑料样品的镀金硅片置于仪器样品架上，对特征官能团进行红外光谱扫描成像，按空

间均匀分布逐一扫描镀金硅片负载微区，每个微区扫描面积不小于 $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ 。

8.3 图像处理与纳塑料识别

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；将不同目标物特征官能团空间成像图进行叠图处理后，特征官能团全部匹配的颗粒识别为纳塑料。

9 统计分析

9.1 用 ImageJ 软件对多特征官能团叠加后的图像进行纳塑料数量及形态参数统计分析。

根据公式（1）计算土壤中纳塑料的丰度（单位：个 kg^{-1} ），丰度结果保留 3 位有效数字，宜以科学计数法表示：

$$C = \sum_{i=1}^j \left(\frac{A_i \times N_i}{A_{il}} \right) \times \frac{L}{L_1} \times D / Ms \quad (1)$$

式中：

C ——纳塑料颗粒数量丰度，单位为：个每千克（ kg^{-1} ）（干土）；

A_i ——镀金硅片负载样品区域 i 所占面积，单位为平方微米（ μm^2 ）；

A_{il} ——区域 i 单次扫描面积，单位为平方微米（ μm^2 ）；

N_i ——区域 i 单次扫描面积中的纳塑料颗粒个数，单位为个；

j ——镀金硅片负载样品的区域个数；

L ——浓缩定容后样液总体积，单位为毫升（ mL ）；

L_1 ——上样检测体积（滴加至镀金硅片的样液总体积），单位为毫升（ mL ）；

D ——上样前的定容稀释倍数；

Ms ——土壤干重，单位千克（ kg ）。

9.2 用 ImageJ 软件对叠图中共存官能团的颗粒粒径分布曲线、圆度和长径比统计分析。

10 质量控制

10.1 纳塑料提取、纯化、分散、测试分析等全过程均在洁净环境中完成，以防样品被环境中纳塑料污染。

10.2 全程序空白：每批次应设试剂空白，每批次空白样品不少于 3 个。如果测定结果表明全程序存在不可忽略的污染，应查明污染源并予以消除。

10.3 加标回收率：根据实验室空白基质加标法进行测定。将一定数量 PBAT 纳塑料（建议 $10^3 \sim 10^4$ 个）加入 50.0 g 纯净无污染土壤中，设置 7 个平行样，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%~120.0%之间。

10.4 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。

10.5 仪器校准：定期使用聚苯乙烯标准膜（厚度 0.04 mm，通光口径 10×35 mm）进行光谱波长与强度校准。

10.6 在纳塑料纯化过程中（7.3），若真空抽滤 1 μm PTFE 滤膜时出现堵膜情况，需要及时冲洗滤膜或更换新的滤膜。

10.7 应特别注意实验室污染对实验结果的影响，相关污染防控措施按 DB46/T 727—2026 和 DB21/T 2751—2017 执行，实验前用 75%乙醇溶液擦拭实验台，容器使用前润洗并用铝箔封口存放，操作全程穿着棉质实验服，中断实验时容器应铝箔封口。