



刘阳, 曹文庚, 王妍妍, 等. 环境样品中微纳米塑料采集提取与分析技术研究进展[J]. 岩矿测试, 2025, 44(4): 531-545. DOI: [10.15898/j.ykcs.202506060149](https://doi.org/10.15898/j.ykcs.202506060149).

LIU Yang, CAO Wengeng, WANG Yanyan, et al. A Review of Research Progress on Sampling, Extraction and Analysis of Micro(nano)plastics in Environmental Samples[J]. Rock and Mineral Analysis, 2025, 44(4): 531-545. DOI: [10.15898/j.ykcs.202506060149](https://doi.org/10.15898/j.ykcs.202506060149).

环境样品中微纳米塑料采集提取与分析技术研究进展

刘阳^{1,2,3}, 曹文庚^{1,2*}, 王妍妍^{1,2*}, 谭俊⁴, 李哲映^{1,2}, 任宇^{1,2,3}

1. 中国地质科学院水文地质环境地质研究所, 河北 石家庄 050061;
2. 河北省/中国地质调查局地下水污染机理与修复重点实验室, 河北 石家庄 050061;
3. 中国地质大学(北京)水资源与环境学院, 北京 100083;
4. 河北省地质环境监测院, 河北 石家庄 050021)

摘要: 随着塑料制品的广泛使用, 微纳米塑料(MNPs)已成为全球关注的新污染物, 对生态系统和人类健康构成潜在威胁。然而, 当前MNPs的检测技术体系尚未形成标准化方案, 尤其是纳米塑料的检测难度极大, 制约了其对环境与生物效应的全面评估。本文系统总结了不同环境介质中MNPs的采样技术、预处理方法及定量分析策略的最新研究进展, 并探讨了人工智能技术在解决现有技术瓶颈中的应用潜力。在采样方面, 大气中MNPs的采集需结合被动与主动采样, 以全面捕捉颗粒动态; 水体采样受体积和网孔径影响显著, 大体积采样更利于捕获小粒径颗粒; 土壤和沉积物采样需考虑非均质性, 建议采用钻芯取样器以减少扰动, 并统一采样深度与体积以提高数据可比性。预处理方法的选择直接影响MNPs的回收率与检测准确性, 密度分离法和芬顿氧化法在有机物去除效率与塑料结构保护方面表现优异, 淘析法和油提法等新兴技术为复杂基质中MNPs的分离提供了新思路。在检测分析中, 显微镜技术、光谱技术用于确定MNPs的形状、尺寸和成分, 定量分析主要通过显微镜、光谱技术确定其数量浓度, 借助质谱技术和总有机碳分析法确定质量浓度, 各技术均存在明确适用边界。人工智能技术的引入显著提升MNPs自动分类、定量的效率与准确性。未来研究亟需建立不同环境介质的MNPs标准化分析方案, 开发多技术联用方案, 推进人工智能与仪器检测的深度融合, 构建开源共享数据集, 为MNPs环境污染的精准治理与控制提供科学支撑。

关键词: 大气; 水体; 土壤; 沉积物; 微纳米塑料; 样品预处理; 鉴别与定量; 人工智能

要点:

- (1) 不同环境中MNPs含量及形态与采样、预处理和检测方法有关。
- (2) 物理形貌、化学成分、数量浓度和质量浓度对MNPs检测必不可少。
- (3) 人工智能技术的引入为MNPs的快速、准确检测提供了解决方案。

中图分类号: X502 **文献标识码:** A

塑料因其质轻、柔韧、耐用及生产成本低等特性被广泛使用, 给现代社会带来了极大便利。自1950年以来, 全球塑料产量平均每年增幅达9%, 从1950年的170万吨增至2023年的4.138亿吨^[1],

收稿日期: 2025-06-06; 修回日期: 2025-07-06; 接受日期: 2025-07-16

基金项目: 河北省自然科学基金杰出青年科学基金项目(D2023504030); 中国地质调查局地质调查项目(DD20242500-1); 中国地质科学院青年英才项目(YK202301)

第一作者: 刘阳, 硕士, 助理工程师, 主要从事水污染防治与修复方面研究。E-mail: liuyang_bjfu@126.com。

通信作者: 曹文庚, 博士, 研究员, 主要从事水文地质、水文地球化学方面研究。E-mail: 281084632@qq.com。

通信作者: 王妍妍, 硕士, 副研究员, 主要从事水污染防治方面研究。E-mail: wangyanyan@mail.cgs.gov.cn。

这一趋势预计在未来几十年仍将持续^[2]。环境中的塑料在机械磨损、紫外线辐射和微生物降解等多重作用下会形成微小的塑料碎片,2004年Thompson等^[3]首次将这些微小塑料碎片定义为“微塑料”。随着塑料生产与使用规模的不断扩大,据估算每年有200~500万吨微塑料被释放到环境中^[4]。微塑料按其来源可分为初级微塑料和次级微塑料。初级微塑料是指化妆品、牙膏、洗面奶、工业研磨剂、钻井液等产品中为特定目的而生产的微塑料颗粒和微珠;次级微塑料是由较大塑料碎片降解和破裂而成,并且在环境中比初级微塑料更丰富。常见的塑料碎片有聚丙烯(PP)、聚乙烯(PE)、聚氯乙烯(PVC)、聚苯乙烯(PS)、聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)以及聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)等。目前,关于微塑料的尺寸界定尚未达成完全统一的标准,根据国际标准化组织(ISO)的定义,微塑料(MPs)是指尺寸介于1 μ m至5mm之间的水不溶性固体塑料颗粒。MPs可以进一步破碎降解形成纳米塑料(NPs),即尺寸小于1 μ m的塑料颗粒。微塑料和纳米塑料统称为微纳米塑料(MNPs),具有粒径小、潜在毒性大、高度耐久化和难以生物降解的性质,导致其在环境中持久赋存,并在海洋、河流、湖泊、土壤、大气、冰川乃至极地海域等各类环境介质中被检出^[5]。MNPs具有较大的比表面积,容易吸附各种污染物,如持久性有机污染物、抗生素以及重金属等,而较小尺寸的MNPs甚至可以穿透细胞膜引发更为严重的损伤。目前,已在人类胎盘、母乳、血液、肝脏、肾脏、骨骼、大脑、肺、心脏等多种器官、组织^[6]和体液^[7]中均检测到微纳米塑料。越来越多研究表明,MNPs可在器官内累积,引发氧化应激反应和炎症,导致代谢紊乱、DNA损伤,增加突变及癌症发生率。此外,MNPs还可能干扰细胞信号传导,影响细胞增殖和凋亡,对人类健康造成潜在威胁。

MNPs具有高度异质性,其尺寸、成分和形状各异,由一种或多种不同的聚合物组成,同时可能含有增塑剂、阻燃剂、抗氧化剂等化学添加剂,此外,物理化学特性会受降解及老化的影响,其复杂性和多样性使得MNPs的检测与分析变得困难^[8]。当前,环境样品中MNPs的分析一般包含样品采集、从样品中提取MNPs和分离后MNPs的鉴定与定量分析过程。尽管ISO、联合国环境署、美国材料与实验协会等国际组织和中国均发布了环境微纳米塑料监测及检测相关标准,例如《环境中微塑料分析导则》(ISO24187:2023)、《水中微塑料热裂解气相色谱-质

谱测定方法》(ASTM D8401—24)、《地下水中微塑料的测定 傅里叶变换显微红外光谱法》(T/CSTM 00886—2024)等,然而采样、预处理及测试方法多样,各标准间的方法及粒径范围也不一致,因此难以进行标准化测量和评估^[9]。首先,不同采样策略及采样量使得各研究结果间的可比性差,而且不同体积或质量的样品可能会导致MNPs的浓度产生偏差。Cha等^[10]发现韩国某农业区地下水中MNPs丰度随采样量的增加而降低;Brewer等^[11]认为土壤具有非均质性,采集量较少时可能无法准确代表研究地点并且产生不确定的结果。其次,样品提取时采用不同消解、分离富集方法以及浮选试剂均对研究结果有较大影响。此外,不同定量检测方法的选择会显著影响检测结果,进一步加剧了数据间的不可比性。目前常用的检测技术包括光谱法(例如傅里叶变换红外光谱、拉曼光谱),质谱法(例如热裂解-气相色谱/质谱等),显微镜技术(例如扫描电子显微镜)等,但这些方法在灵敏度、分辨率和适用性上存在明显差异。

目前,不同环境样品中MNPs的采集、提取和分析缺乏标准、系统和全面的方法,同时环境样品中普遍存在大量的有机及无机杂质,干扰MNPs的检测与定量,难以进行标准化测量及研究结果间的对比,制约了人们全面、深入地评估MNPs的环境行为和生物影响。基于此,本文在梳理国内外研究进展的基础上,对大气、水体、土壤和沉积物等不同环境样品中MNPs的采集、提取、鉴定与定量分析技术进行总结,重点讨论了各检测技术的优势及局限性,明确其适用场景,并针对不同检测需求提出相关建议,旨在为环境样品中MNPs标准化采集与分析技术体系的建立提供参考。建议未来应加强人工智能技术与检测仪器的深度融合研究,通过智能化手段进一步提升环境中MNPs检测的精度与速度,从而有效地应对MNPs带来的环境和健康挑战。

1 样品采集方法

样品采集是微纳米塑料检测的基础,大气、水体、土壤和沉积物等不同环境介质样品采集均面临不同的挑战。地表水体中不同的采样策略直接影响检测结果精度;地下水中MNPs赋存浓度通常较低,需要采集足够水量保证样品代表性;大气沉积物中的MNPs和悬浮MNPs需采用差异化的采样技术;土壤介质具有非均质性且垂直剖面存在较大差异,需要充分考量采样点位置和深度;沉积物样品需要使用

专门的设备,同时严格控制沉积物扰动。大气、水体、土壤和沉积物等不同环境介质中 MNPs 样品的采集方法如图 1 所示。

1.1 大气中的微纳米塑料

目前大气环境中 MNPs 的收集方法有被动采样和主动采样(图 1)。被动采样是利用重力或天气条件(风、雨)作用,通过收集柱/漏斗、接收管和收集瓶组成的采样装置对大气沉降物中 MNPs 采集,从而得出大气中 MNPs 的沉降通量(例如 $n/m^2/d$)。该方法操作简单、成本低廉且无需电源,适用于偏远、户外、连续采样或长期监测跟踪 MNPs 的变化。然而,该方法存在采样效率低且易受风速、风向、温度和湿度等多种因素影响,此外可能无法捕获空气中难以沉积的小而轻塑料颗粒。

主动采样为借助外界电源,利用泵将空气抽吸到采样系统中,空气通过不同孔径的过滤装置,将塑料颗粒截留在滤膜上,以获得单位体积大气中悬浮 MNPs 的浓度(例如 n/L 、 n/m^3)。该采样法易于控制采样体积和时间,快速准确采集不同位置室内外大气中的 MNPs,有效缩短采样时间,还可以将空气中的 MNPs 分离成不同粒径等级,同时捕获较小尺寸的 MNPs。此外,主动采样便于实现不同空间位置的时间积分或连续采样,有助于增强对时间趋势和空间变化的研究^[14]。然而,该法存在设备和滤膜污染的风险,受电源限制影响大,且不能评估大气颗粒浓度的长期平均值。

两种采样法是互补的,均有自身的优势和局限性,主动采样主要用于捕捉大气中悬浮态的微纳米塑料,而被动采样用于收集大气沉降物的 MNPs。因此,建议结合被动采样与主动采样以全面评估空气中微纳米塑料含量及动态变化^[15]。

1.2 水体中的微纳米塑料

地表水环境中 MNPs 的采样方法有减容采样和大体积采样两类(图 1)。减容采样主要将拖网(例如 Neuston、Manta、Bongo、Plankton、Wisconsin 网等)连接到船上并浸入水中以低速拖拽一定距离或时间,对开阔水域中的塑料颗粒进行过滤取样^[16]。采样体积由流量计记录,或通过拖网距离乘以网口的宽度和高度计算。常用的拖网孔径为 $52 \sim 947\mu m$,其中 $300 \sim 335\mu m$ 应用最为广泛。拖网孔径的选择对采样结果影响显著,使用较小孔径的拖网能够提高微纳米塑料的捕获效率,进而使测得的塑料颗粒浓度升高,甚至可能比大孔径拖网收集的浓度高出几个数量级。Lindeque 等^[17]使用 $100\mu m$ 孔径拖网采样比 $333\mu m$ 和 $500\mu m$ 所测微塑料浓度分别高 2.5 倍和 10 倍。Yu 等^[18]发现与孔径为 $92\mu m$ 的拖网相比, $500\mu m$ 孔径拖网对纤维和碎片的浓度分别低估了约 53% 和 40%,而 $330\mu m$ 孔径拖网对两者的浓度低估率分别约 45% 和 30%。尽管拖网采样覆盖区域广、采样水量多,能较好地反映目标水域微纳米塑料污染整体状况,提升数据可靠性,但由于网孔径相对较大难以有效捕获粒径较小的颗粒,从而低估微

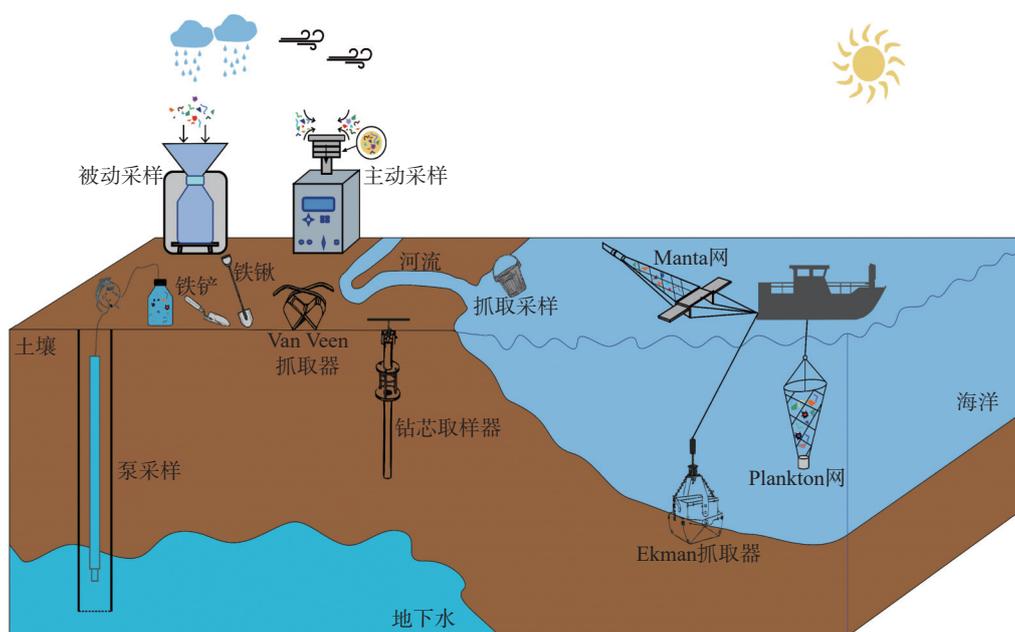


图1 大气、水体、土壤和沉积物中 MNPs 的采样方法^[12-13]

Fig. 1 Sampling methods of MNPs in air, water, soil and sediment^[12-13].

纳米塑料的丰度和尺寸分布。

大体积采样主要有抓取采样和泵采样, 抓取采样是用一定体积的不锈钢桶或玻璃瓶收集 1~20L 水样^[19]。泵采样则利用水泵抽取 20~50L 水样, 甚至可以高达 2000L, 更适用于低污染区域和采样深度较深的位置。大体积采样相较于减容采样可以捕获粒径更小的塑料颗粒, 但采样规模通常受限。Deakin 等^[20]发现抓取采样 1L 海水经 1.2 μm 滤膜过滤后检测微塑料的丰度与通过 200 μm 的 Plankton 网采样相比增加了 4 个数量级。地下水体中 MNPs 通常为大体积采样, 样本数量差异较大, 一般为 1~20L, 甚至高达 500L。在 MNPs 污染浓度较高的区域, 抓取采样更为常用, 而预计低污染区域应增大采样体积^[21]。当地下水样本量有限时, 无论 MNPs 浓度如何, 都可能出现偏差, 因此建议收集大量地下水以进行更可靠的浓度评估。

1.3 土壤和沉积物中的微纳米塑料

土壤和沉积物等固体样品的采集方法(图 1)相对简单, 通常依据采样位置和深度选用不锈钢铲, 抓样器(例如 Ekman、Van Veen 采样器)或箱形取芯器采集, 并用锡箔包裹置于 -20 $^{\circ}\text{C}$ 储存直到进一步分析。样品量主要取决于取样器的尺寸, 一般取 0.025~10kg 或 1~12L, 不同研究间差异较大。采样深度范围较广, 多数研究收集了 0~20cm 范围内的表层土^[22], 而 Raj 等^[23]认为采集 0~30cm 的样本可以更好地量化土壤中的 MNPs。此外, 由于土壤和沉积物中 MNPs 的浓度在垂直方向存在差异, 因此有必要采集更深的样本。抓样器和箱形取芯器采样时会扰动沉积物, 适于表层采样或批量采样, 而钻芯取样器则可采集未受扰动的沉积物柱芯, 有效避免沉积物损失, 且可实现表层和深层样品的同时采集, 但产生的样品量较少。样品收集时要注意尽量使用不含塑料(不锈钢、玻璃等)的设备和样品瓶。

表 1 样品消解方法对比

Table 1 Comparison of methods for sample digestion.

样品消解方法	消解液	方法优点	方法不足
酸消解	硝酸、盐酸、高氯酸等	操作相对简单, 消解速度快	强酸可能腐蚀特定聚合物(如聚苯乙烯、聚乙烯), 导致结构破坏或变色; 盐酸消解有机物能力有限, 易残留; 高氯酸具有强氧化性, 操作需谨慎
碱消解	氢氧化钠、氢氧化钾等	对多数塑料损伤较小, 可有效去除蛋白质、脂肪等	可能导致特定塑料(如聚乙烯、尼龙)变色; 消解时间长; 对纤维素、木质素等有机物去除效率有限
氧化消解	过氧化氢、臭氧、芬顿试剂、过硫酸钾等	消解效率高, 对大多数塑料影响相对较小	过氧化氢单独消解速度慢(常温需数天), 加热可能损伤塑料表面; 芬顿试剂效率更高, 但过氧化氢消解过程易产生泡沫导致样品损失
酶消解	蛋白酶、淀粉酶、纤维素酶、脂肪酶等	条件温和, 对塑料结构影响极小, 选择性降解特定有机物	成本高昂; 消解时间长; 特异性强(一种酶通常只针对一类有机物), 常需多种酶联用; 对反应条件(温度、pH)要求严格

2 样品预处理方法

从环境中收集样品后将塑料颗粒与其他杂质有效分离, 是对 MNPs 形貌、成分等进行鉴定的前提, 然而大部分塑料颗粒尺寸微小难以直接挑选。相较于大气和水体样品, 土壤和沉积物中还含有枯叶、天然有机质、淤泥和沙子等多种成分, MNPs 的分离和提取更具挑战性。样品的预处理过程一般包含筛分与过滤、消解、分离和干燥。

2.1 筛分与过滤

筛分与过滤是富集目标尺寸塑料颗粒、缩减样品体积的常用预处理步骤。筛分过程主要用于去除土壤和沉积物中粒径较大的颗粒以获取所需尺寸的 MNPs, 常用的筛网孔径为 1mm、2mm 和 5mm。过滤则用于提取水中的塑料颗粒, 常用的滤膜有不锈钢膜、玻璃纤维膜、聚四氟乙烯膜、银膜、氧化铝膜等, 孔径主要为 0.2~20 μm 。筛分与过滤过程可以选用两个或多个不同孔径的筛网或滤膜将微纳米塑料按粒径大小分级, 进而选取不同的分析仪器。Scherer 等^[24]通过不同尺寸的筛网(20 μm 、125 μm 和 1000 μm)研究了 MPs 在 20~125 μm 、125~1000 μm 和 >1000 μm 尺寸范围内的分布。

2.2 消解

在环境样品的预处理中, 消解过程的核心在于有效去除样品中诸如藻类、细菌等有机干扰物质, 以确保后续检测分析的准确性。根据消解剂的不同可分为酸消解、碱消解、氧化消解及酶消解(表 1)。

酸消解通常采用硝酸、盐酸或者几种酸的混合体系降解有机物, 其显著优势是可以在短时间内去除大分子有机物, 消解效率高, 但会对聚苯乙烯、尼龙等塑料颗粒造成损坏, 导致分析结果产生偏差。碱消解常用氢氧化钠、氢氧化钾等强碱溶液水解蛋白质、脂肪等有机质, 消解过程相对温和, 对微纳米塑料结构影响较小, 但会引起聚乙烯、尼龙等变色,

而且消解时间较长。酶消解是借助蛋白酶、纤维素酶、几丁质酶、脂肪酶等生物酶特异性催化分解有机质,反应条件温和,对微纳米塑料结构影响小,回收率高。然而,特定的酶只能分解特定的目标物质,且其催化活性高度依赖于严格的温度和 pH 条件。例如,纤维素酶 TXL 用于分解各种纤维素,在 pH 为 5.0,温度为 50℃ 时达到最佳活性;蛋白酶可将蛋白质链催化分解成易于溶解和分散的多肽,但需要在 pH 9.0、50℃ 下达到最佳活性^[25];几丁质酶则在 pH 为 5.0,37℃ 下活性最佳^[26]。此外,该方法成本相对较高,且所需消解时间长。氧化消解中,过氧化氢是最常用的氧化剂,对塑料颗粒的损伤可以忽略不计,其消解效率与温度密切相关:30% 的过氧化氢在 20~25℃ 条件下通常需要 7~8 天才能完成杂质降解;当加热到 60~70℃ 时,反应周期可以缩短至 1 天内;但当温度超过 70℃ 时,可能导致塑料颗粒表面受损。Zheng 等^[27]对比了过氧化氢(30%)、氢氧化钾(10%)和硝酸(65%)溶液对垃圾填埋场样品的消解效果,结果表明,过氧化氢的消解效率最优且对 MPs 的质量影响最小,表面形态变化可忽略不计;而经氢氧化钾和硝酸消解后,PE、PP 和 PET 质量损失显著高于过氧化氢组,表面出现不同程度破坏,产生凹陷与裂缝,其中 PET 经硝酸处理后不仅颜色变黄,还会破裂成明显的层状结构。过氧化氢既可以单独使用,也可以与 Fe(II) 一起添加形成芬顿氧化消解体系,即利用 Fe(II) 催化过氧化氢产生强氧化性的羟基自由基和过氧自由基,将有机物分解为小分子物质或直接矿化为水和二氧化碳,消解效率优于单独使用过氧化氢^[28]。与其他消解方法相比,芬顿氧化消解具有更高的有机物去除效率和更短的反应

时间,同时对微纳米塑料结构的影响较小,因此在环境样品有机物消解中得到广泛应用。

2.3 分离

密度分离法是从环境样品中分离提取塑料颗粒最广泛采用的技术,将样品与高浓度或饱和盐溶液充分混合均匀后静置,收集含有塑料颗粒的上清液进行过滤,基于塑料颗粒与基质杂质间的密度差异实现分离(图 2)。环境中塑料的密度通常为 0.8~1.4g/cm³,最常用的浮选液为饱和氯化钠(NaCl)溶液,成本低且绿色环保,但会损失密度较大的聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)、聚氯乙烯(PVC),导致结果产生偏差,适于分离密度小于 1.2g/cm³的微纳米塑料^[29]。此外,氯化锌(ZnCl₂, 1.5~1.8g/cm³)、溴化锌(ZnBr₂, 1.7g/cm³)、溴化钠(NaBr, 1.54 g/cm³)、碘化钠(NaI, 1.8g/cm³)、氯化钙(CaCl₂, 1.4g/cm³)、甲酸钾(HCOOK, 1.6g/cm³)、钨酸钠(Na₂WO₄, 1.4g/cm³)等可以浮选几乎所有的微纳米塑料也常被采用,但 CaCl₂ 易引起有机物的凝聚,NaI、Na₂WO₄ 价格昂贵,ZnCl₂ 溶液具有腐蚀性且对环境影响大。密度分离效率取决于浮选液,Li 等^[30]比较了 NaCl、ZnCl₂、NaI 三种浮选液的分离效果,发现 NaI 溶液提取塑料颗粒最多,可以有效分离密度较高的小粒径纤维(0.02~0.25mm)。Gran 等^[31]针对沉积物中的微纳米塑料提取实验表明,高密度的 CaCl₂ 和 ZnCl₂ 溶液对微纳米塑料的回收率分别达到 90%±1% 和 85%±2%,而 NaCl 组的回收率仅为 68%±3%。因此,要根据微纳米塑料类型选取合适的浮选剂,还可以将几种浮选剂组合使用,例如 NaCl-NaI、ZnCl₂-CaCl₂、NaCl-NaI-ZnCl₂ 等,同时可增加曝气、搅拌、离心等措施促进塑料颗粒与其他杂质分离。Han

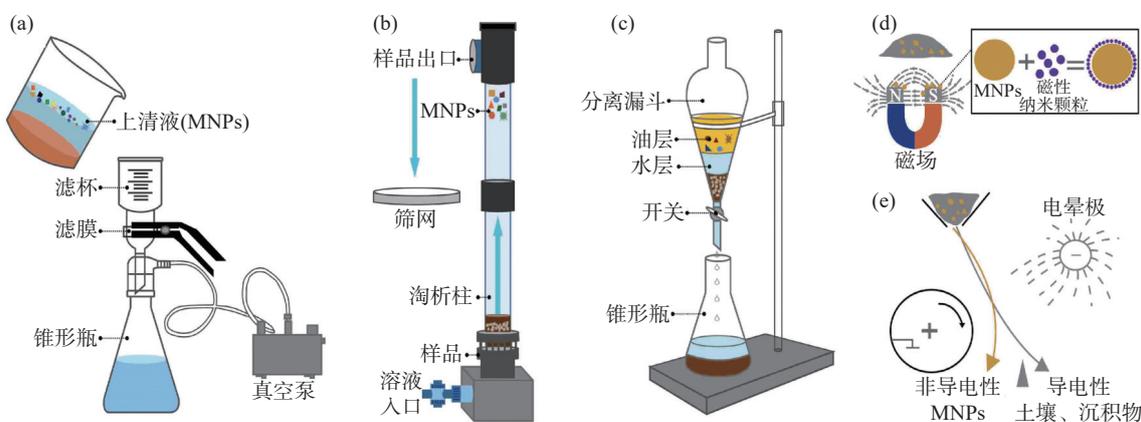


图2 样品分离技术: (a) 密度分离法; (b) 淘析法; (c) 油提法; (d) 磁分离法; (e) 静电分离法

Fig. 2 Sample separation techniques: (a) Density separation; (b) Elutriation separation; (c) Oil-based separation; (d) Magnetic separation; (e) Electrostatic separation.

等^[32]利用体积比为1:1的NaCl和NaI混合浮选液,结合40s通气处理代替手动搅拌对<1mm的6种塑料颗粒进行提取,平均加标回收率超过90%。Liu等^[33]利用体积比为1:1的NaBr和ZnCl₂混合浮选液(密度1.63g/cm³)处理沉积物样品,其浮选效果优于NaCl、NaBr以及ZnCl₂三种纯试剂体系,对4种尺寸、形状及10种类型的微纳米塑料加标回收率可达88.33%~100.0%。此外,浮选后还需对浮选溶液进行充分洗涤与过滤,否则可能会引入新的污染物。

除了上述最常用的密度分离法,淘析法、油提法、磁分离法、静电分离法等也可用于塑料颗粒的提取(图2),但均需要高度专业化的设备。淘析法是基于流体动力学特性,利用向上的气体或液体流将较轻的塑料从较重的沉积物中分离。该方法在土壤及沉积物微纳米塑料分离中具有优势,能够达到90%以上的分离效率,但不适用于有机物浓度高的样品,同时需要结合数值数据模型精准控制流速,具有一定的技术挑战性^[34]。油提法是利用微纳米塑料的亲脂性将其从水相提取到上层的油相,进而与非塑料悬浮固体分离^[35]。该方法对纤维和碎片的回收率为92%~97%,不受塑料自身密度及样品中有机物的影响,操作简便快捷,所需油量少,成本效益高,但在提取纳米塑料时存在一定局限性,还要注意去除可能影响后续分析的油残留物^[36]。磁分离法是将磁性材料与塑料颗粒相结合,通过施加磁场将塑料从环境样品中分离出来。Grbic等^[37]利用磁分离法分别从海水、淡水和沉积物中回收了不同尺寸和类型的MNPs。该技术能够对高密度的塑料颗粒进行

有效分离,其分离效率与塑料颗粒尺寸、环境样品pH、磁性纳米颗粒类型以及结合在MNPs上的纳米颗粒浓度密切相关。静电分离法通过静电发生器放电,将具有导电性的土壤、沉积物等固体基质与非导电塑料颗粒分离的方法。该分离法自动化程度高,回收率可达99%以上,且无需使用有毒化学品,不受颗粒密度、形状以及老化程度的限制,但存在工艺复杂且成本较高的不足^[38]。

3 微纳米塑料分析测试技术

MNPs的分析检测技术,根据检测原理可分为显微镜分析法、光谱分析法、质谱分析法、总有机碳分析法以及人工智能辅助分析法5类(图3)。各类方法基于不同原理在检测结果、精度、适用范围及操作要求等方面各具特点。

3.1 显微镜分析技术

显微镜技术是观察微纳米塑料颜色、大小和形状等物理特征最常用的检测方法(图3),如光学显微镜、立体显微镜、荧光显微镜、扫描电子显微镜(SEM)和原子力显微镜(AFM)等。立体显微镜因成本低、易获取且操作简单应用最为广泛,但分辨率较低,最小视觉尺寸约为50μm。受目视检查的局限性,MNPs识别的准确度可能会受到颗粒形状和颜色的影响,纤维状通常比其他形状更容易识别,彩色颗粒比白色、透明颗粒更容易检测^[39]。荧光显微镜是利用荧光染料分子对样品中的塑料颗粒进行染色标记,提高MNPs可见度和识别性,现已被广泛应用于环境样品检测和实验室模拟中,其中尼罗红(Nile Red)作为一种亲脂性荧光染料,因成本低廉、检出限

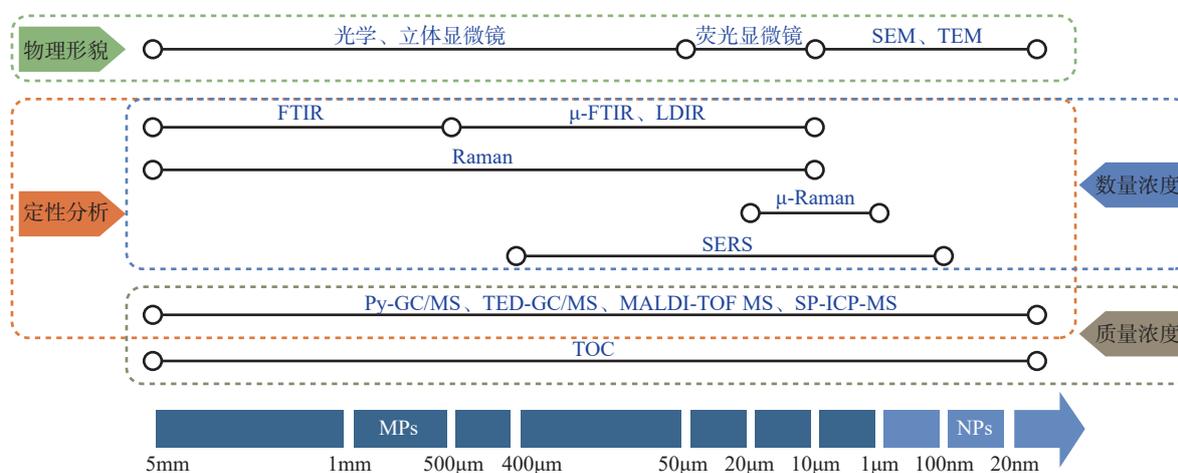


图3 微纳米的识别与定量检测方法

Fig. 3 The identification and quantification methods of micro(nano)plastics.

低、染色效率高而被广泛应用^[40]。然而,该技术由于使用了染料染色,故无法提供 MNPs 的颜色信息,同时存在天然有机物质共染色的问题,可能会导致“假阳性”识别,进而高估环境样品中微纳米塑料的丰度,因此在染色前去除样品中的天然脂质和有机物至关重要。

传统的光学显微镜分辨率有限,难以识别纳米塑料,扫描电子显微镜(SEM)和透射电子显微镜(TEM)具有分辨率高,景深大,能够捕获纳米塑料的微观形态,最低的视觉尺寸可达20nm。然而,SEM样品制备流程复杂、仪器成本高昂且操作要求高,同时使用的电子束可能会损坏易碎样品,尤其是尺寸较小的塑料颗粒。此外,SEM可与能量色散X射线光谱仪(EDS)相结合确定塑料颗粒的元素组成,将碳占主导地位的塑料颗粒与无机颗粒区分开,但无法区分复杂材料中的聚合物和添加剂。

3.2 光谱分析技术

3.2.1 傅里叶变换红外光谱法

傅里叶变换红外光谱法(FTIR)是识别微塑料化学成分最常用的技术之一,其原理是利用物质对不同波长的红外光具有不同吸收特征进行识别(图3)。FTIR包含反射(Reflection)、透射(Transmission)和衰减全反射(Attenuated Total Reflection, ATR)三种模式,ATR-FTIR模式由于高折射率的ATR晶体需与样品表面直接接触,常用于识别较大的塑料颗粒/纤维(>200 μm)以及风化后塑料颗粒的表征;反射模式适于分析不透明或者具有一定厚度的样品;透射模式用于分析较小尺寸的塑料颗粒^[41]。

FTIR是一种无损分析技术,具有高灵敏度和特异性,且拥有完善的聚合物数据库,目前,常与显微镜联合使用即显微红外光谱技术(μ -FTIR)可识别低至10~20 μm 塑料颗粒的尺寸分布、形态和化学成分信息。然而,FTIR检测过程耗时,对水分子敏感,因此分析检测前需要进行干燥处理。此外,还可能受到污染物和添加剂(增塑剂、抗氧化剂、阻燃剂等)的影响,引入无关峰或改变现有峰的强度,从而可能影响聚合物鉴定和准确定量^[42]。

激光直接红外光谱(Laser Direct Infrared Imaging, LDIR)是近年来发展起来的一种新型红外光谱成像技术(图3),结合了红外光谱的精度和激光成像的空间分辨率,在快速、自动化识别和定量(数量浓度)塑料颗粒方面具有较大潜力,已广泛应用于大气粉尘、地下水、饮用水、人体胎盘中微塑料的检测^[6]。LDIR技术以量子级联激光器(QCL)作为光源,能够

在中红外范围(1800~975 cm^{-1})快速调谐波长,从而在短时间内完成大量样品的光谱分析,可在1~2h内完成多达上千个颗粒(<300 μm)的自动化分析^[43]。同时,与传统的FTIR相比,QCL的高辐射功率显著提高了信噪比,且无需液氮冷却探测器,降低检测成本,仪器维护简便。LDIR具有高灵敏度、高分辨率和高通量成像的特点,可快速批量筛查样品中粒径在20~500 μm 的MPs颗粒,但在表征纳米塑料时分辨率有限。Samandra等^[21]利用LDIR技术在7个地下水样品中检测到8种常见微塑料(PE、PP、PS、PVC、PET、PC、PMMA和PA),颗粒尺寸分布为18~491 μm ,数量浓度为16~97个/L。此外,LDIR具有高灵敏度,可以通过自动定量显著降低误检的风险,在组分检测方面的准确性和效率高于FTIR和拉曼光谱法^[44]。

3.2.2 拉曼光谱法

拉曼光谱法是通过测量样品对入射光的非弹性散射来获取样品的分子振动信息,从而识别 MNPs 的化学成分(图3)。拉曼光谱法和傅里叶变换红外光谱法是互补的两种光谱振动技术。拉曼光谱技术不仅具有无损、样品需求量少、高通量筛选和环境友好性,而且其空间分辨率显著优于FTIR[传统拉曼光谱法约为10 μm ,显微拉曼光谱法(μ -Raman)可达~1 μm],光谱覆盖范围更宽,光谱带更窄,非极性官能团的灵敏度更高,且受水的干扰较小,无需进行复杂的干燥处理即可直接分析含水或生物样品^[45]。Ziajahromi等^[46]使用 μ -Raman检测了生物固体改良的农业土壤中粒径1~25 μm 较小微塑料主要为聚乙烯、聚丙烯和聚乙烯醇,其中95%为碎片状。然而,拉曼光谱法容易受到荧光干扰,信噪比较低,同时由于使用激光作为光源,可能会导致样品加热,从而导致背景发射和聚合物降解问题^[45]。选择合适的激光波长可以减少荧光干扰并提高拉曼信号强度,其中532nm和785nm的波长使用最为广泛,同时442、455、514.5和633nm也常被采用。

拉曼光谱信号强度较弱,通常只有 10^{-6} ~ 10^{-8} 的入射光子会产生拉曼散射,导致塑料颗粒信号易被噪音掩盖,限制了拉曼光谱技术在痕量微纳米塑料检测中的应用^[47]。表面增强拉曼光谱(Surface-enhanced Raman Spectroscopy, SERS)利用金、银等贵金属纳米结构集中电磁能量从而增强拉曼信号,提高灵敏度,能够实现100nm~400 μm 塑料的检测,并对单个塑料颗粒进行拉曼成像^[48]。Xu等^[49]利用带有Klarite基底的SERS技术实现了大气中纳米

塑料 PS、PET 的检测, Ruan 等^[50]通过基于溶胶的 SERS 快速检测小至 20nm 的纳米塑料, 检出限为 0.0005%, 可实现极低浓度 MNPs($\mu\text{g/L}$) 的检测。Xing 等^[51]通过液-液自组装方法制备了超疏水性 Au NP SERS 基底, 超疏水性促进了微纳米塑料的富集, 单层 Au 纳米颗粒增强了拉曼信号, 能够实现浓度低至 0.03 $\mu\text{g/mL}$ 聚苯乙烯纳米塑料的检测, 并对小至 30nm 的颗粒进行拉曼成像, 此外, 该方法还能分析检测瓶装水样中的纳米塑料颗粒。SERS 具有灵敏度高、抗干扰性强、样品制备简单、快速响应和无损检测的优点, 在纳米塑料的检测和识别方面极具应用前景。

3.3 质谱分析技术

3.3.1 热裂解气相色谱-质谱法

热裂解气相色谱-质谱法 (Py-GC/MS) 是将样品在高温作用下裂解为聚合物碎片小分子, 经气相色谱系统分离后, 利用质谱仪对特征碎片离子进行定性定量分析, 来推断原始样品的组成和结构 (图 3)。Py-GC/MS 具有所需样品量小 (5 ~ 200 μg)、灵敏度高、分辨率高、分析速度快等优点, 其检测限为 μg 级, 可实现痕量 MNPs 的检测。Li 等^[52]通过 Py-GC/MS 对土壤/沉积物/污泥等复杂固体基质样品中的常见 MNPs 进行定性识别和定量测定, Xu 等^[53]使用 Py-GC/MS 对水生环境中 6 种纳米塑料 (PVC、PMMA、PP、PS、PE 和 PET) 进行鉴定和量化, 结果表明地表水和地下水样品中均以聚丙烯 (32.9% ~ 69.9%) 和聚乙烯 (21.3% ~ 44.3%) 为主要成分, 且地表水和地下水中 NPs 的总质量浓度分别为 0.283 ~ 0.793 $\mu\text{g/L}$ 和 0.021 ~ 0.203 $\mu\text{g/L}$, 差异明显, 这可能是由于河岸的过滤作用。

由于该检测技术是根据样品的热降解产物 (有机小分子) 而非样品本身进行鉴定和定量分析, 因此无需对样品进行预处理, 不受颗粒形状、粒径和颜色的限制, 然而, 该方法进样量有限 (~ 0.5mg), 难以应用于具有显著非均质性的大批量环境样品分析, 还存在基质干扰和非特异性热解产物问题, 此外, 有些添加剂会阻止塑料颗粒被完全裂解, 从而低估其浓度^[54]。

3.3.2 热萃取热解吸气相色谱-质谱法

热萃取热解吸气相色谱-质谱法 (TED-GC/MS) 采用热重分析仪在惰性气体中对样品进行热分解, 分解产生的气态物质被固相吸附剂捕获, 然后在热脱附系统中热分解产物从吸附剂中热解吸, 在冷却阱中低温聚焦, 随后快速再加热, 最后通过 GC 柱分

离用 MS 进行定性和定量分析, 现已被用于环境中 MNPs 的检测。例如, Lee 等^[55]通过 TED-GC/MS 测定污水处理厂出水中 4 种微纳米塑料质量浓度为 0.04 ~ 1.07 $\mu\text{g/L}$, 与 FTIR 分析结果呈正相关, 相关系数为 0.861 ($p < 0.05$)。Braun 等^[56]通过 TED-GC/MS 测定塑料瓶饮料中 MPs 浓度为 0.01 ~ 2 $\mu\text{g/L}$ 。

TED-GC/MS 可处理的样品质量达 100 mg, 约为 Py-GC/MS 的 200 倍, 提高了样品的代表性和可靠性, 但检测限和定量限低于 Py-GC/MS^[57]。此外, 该方法中挥发性化合物在释放后被保留在选择性的吸附剂上, 只有那些被保留在吸附剂中的化合物才会被送入反应器, 热萃取和热脱附分开, 避免了样品基质中可能存在的其他及较重化合物堵塞气相色谱设备的管线和色谱柱, 提高了设备稳定性并最大限度减少了仪器维护工作^[58]。

Py-GC/MS 和 TED-GC/MS 主要对样品中的微纳米塑料化学成分进行分析和鉴定, 提供化合物的结构和化学组成信息, 不仅分析微纳米塑料样品中的挥发性有机化合物和半挥发性有机化合物, 还可以检测添加剂、附着物和降解产物等化合物。上述两种热分析法均无需复杂的样品预处理, 同时具有受粒径限制小, 受干扰物质少和检测时间快的优点, 可用于环境样品的直接分析检测和快速筛查。然而, 由于具有破坏性无法提供微纳米塑料的数量、尺寸和形貌信息, 因此需要额外的样品进行物理形貌的测定。

3.3.3 基质辅助激光解吸/电离-飞行时间质谱法

基质辅助激光解吸/电离-飞行时间质谱技术 (MALDI-TOF MS) 是基于离子碎片的质荷比和飞行时间成正比的原理来识别 MNPs 中的聚合物, 因其温和电离和宽质量检测范围已成为识别复杂环境样品和生物样品中微纳米塑料碎片的有效方法。

该技术具有分析速度快、灵敏度高、分析通量高、操作简单和结果可靠等特点, 常用于聚合物的结构分析中。Lin 等^[59]基于热裂解和 MALDI-TOF MS 建立了 PS 微纳米塑料的鉴定和定量方法, 同时发现在 380 $^{\circ}\text{C}$ 下进行简单的热预处理可以促进 PS 的碎片化, 显著增强低质量区域指纹峰的强度, 使得 PS 纳米塑料的检测限可达到 25ng。Wu 等^[60]利用 MALDI-TOF MS 确定了环境中 PS 和 PET 的鉴定质谱信号, 然后将质谱信号归一后与 $\ln[\text{聚合物浓度}]$ 之间建立定量关系, 低分子量聚合物的相关系数大于 0.96, 高分子量聚合物的相关系数大于 0.98, 并用该方法检测航空塑料杯中 PS 的重量为

0.072±0.004μg, 沉积物中 PS 和 PET 的质量分别为 0.054±0.003 和 0.112±0.009μg。

3.3.4 单颗粒电感耦合等离子体质谱法

环境样品中纳米塑料的浓度通常很低, 许多常规检测方法无法检测, 单颗粒模式下的电感耦合等离子体质谱 (SP-ICP-MS) 的出色检测能力使其成为纳米塑料分析的可行候选技术。SP-ICP-MS 具有检测限极低 (ng 级)、灵敏度高、分析速度快等优势, 能够检测粒径低至 100nm 以下的纳米级颗粒, 可提供颗粒的质量浓度、数量浓度、化学成分和尺寸分布信息^[61]。Jimenez-Lamana 等^[62]将纳米塑料与含有功能化金属 (Au) 的纳米颗粒偶联, 通过 Au 产生 SP-ICP-MS 信号对单个纳米塑料颗粒进行计数, 从而进行精确定量 (相对误差 < 5%), 可检测和量化的最小尺寸取决于功能化程度以及可用于标记的表面, 对于完全功能化的纳米塑料, 该技术可有效检测的纳米塑料最小粒径约为 135nm。

3.4 总有机碳分析技术

总有机碳分析 (TOC) 是一种间接评估 MNPs 浓度的方法, 利用不同种类 MNPs 都是以碳为骨架的高聚物, 其质量与总有机碳含量存在良好的相关性来定量 MNPs 含量的方法 (图 3)^[63]。Li 等^[64]将环境样品通过膜过滤和化学预处理后利用 TOC 分析仪分别测定微纳米塑料和颗粒态黑碳 (PBC) 的总浓度 (TOC_{MNP&PBC})、PBC 的浓度 (TOC_{PBC}), 两者的差值即为微纳米塑料的 TOC 浓度。通过对自来水、河流和海水样品中代表性塑料类型和尺寸 (0.5 ~ 100μm) 进行验证, 结果显示该方法具有低检

测限 (~ 7μg C/L) 和高加标回收率 (83.7% ~ 114%)。TOC 分析法灵敏度高、成本低、可操作性强, 但其仅能测定 TOC 总量, 无法区分 MNPs 的聚合物类型, 且易受到样品中其他有机物质 (如蛋白质、脂肪等) 的干扰, 因此 TOC 常与其他分析方法结合使用以获得更准确的检测结果。

3.5 人工智能在微纳米塑料分析中的应用

尽管先进的检测技术相较于传统方法提高了效率和精度, 然而, 它们均需要复杂的样品预处理步骤, 可能会引入交叉污染以及 MNPs 的损失。同时, MNPs 分布广泛, 通过手动方法调查和量化其全球浓度、大小和分布难以实现。近年来, 人工智能 (AI) 技术发展迅速^[65], 其中计算机视觉、机器学习 (尤其是深度学习) 等 AI 技术已在 MNPs 的自动分类、定量预测等任务中得到广泛应用 (表 2)。该技术可以快速处理大量且复杂的成像和光谱数据, 提高效率和准确性, 降低了人为误判的可能性。Dong 等^[73]通过机器学习模型 (随机森林算法) 预测了全球湖泊与水库的微纳米塑料平均浓度为 0.57 个/m³, 表层湖水 (20m) 的微纳米塑料累积负荷约为 10167 吨, 约等于 5.08 亿个塑料瓶。

基于物理形貌的分类, 主要通过深度学习模型 (如卷积神经网络) 从标记图像中提取与微纳米塑料尺寸、形状、颜色等视觉属性相关的特征, 进而实现高精度自动识别和分类。据统计, 对微纳米塑料颜色分类的准确率可以达到 90%, 对形状的分类准确率为 97.84% ~ 98.33%, 高于传统目视检查的 67.3% ~ 81.3%。Shi 等^[74]用扫描电子显微镜对日

表 2 机器学习在 MNPs 分析中的应用

Table 2 Application of machine learning in MNPs analysis.

MNPs 来源	数据来源	分析目的	人工智能模型	识别准确率 (%)	参考文献
水	傅里叶变换红外光谱 (FTIR)	鉴别 20 多种塑料类型	RDF	97.0	[66]
			SVM	86.8	
海水	拉曼光谱	鉴别 11 种常见塑料类型	RF	77.7	[67]
			CNN	93.2	
			ResNet34	93.2	
农田土壤	高光谱成像 (HSI)	鉴别 PP、PE、PVC	SVM	93.85	[68]
			BPNN	94.14	
			1D-CNN	95.0	
自来水	拉曼光谱	识别纳米塑料 PE、PTFE、PS、PMMA、PVC	RF	98.8	[69]
BP	88.5				
海水	光学图像	识别形状	Mask R-CNN	94.0	[70]
污水处理厂中废水	立体显微镜	按形状分类	CNN	92.0~96.0	[71]
地表水、地下水和饮用水	激光直接红外光谱 (LDIR)	鉴别微塑料类型	Sub-kNN	89.7	[72]
			BDT	77.1	

用品中的微纳米塑料进行成像,手动注释了237个 $50\mu\text{m} \sim 1\text{mm}$ 范围内的颗粒和直径约为 $10\mu\text{m}$ 的纤维,并用VGG16神经网络根据形状对微纳米塑料进行分类,准确率高达98.33%。Akkajit等^[71]使用迁移学习方法构建了五种卷积神经网络(CNN)模型将污水处理厂中的微纳米塑料按形状分为纤维、薄膜、碎片和颗粒状,所有模型的准确率都达到了92%以上。

基于化学成分的分类,主要通过机器学习提高FTIR、Raman、NIR等光谱识别效率,提升大规模数据集的处理能力,实现高通量自动化分析,分类准确率可以达到85%~100%,远高于传统谱库匹配的31.44%^[75]。Xie等^[69]构建随机森林模型对纳米塑料的拉曼光谱自动分析,实现了PE、PTFE、PS、PMMA和PVC的准确识别,平均准确率为98.8%,同时在雨水中检测到纳米级PS和PVC,可见其对真实环境样品具有适用性。

在微纳米塑料定量方面,显微镜成像结合计算机视觉技术可以对不同类型图像中的微纳米塑料数量进行自动化统计,具有较高的分辨率。目前,U-Net和Mask R-CNN两种深度学习模型被广泛应用,其平均识别准确率显著高于人工计数(平均约61.7%)。Luo等^[76]将拉曼光谱与卷积神经网络(CNN)相结合对不同水环境中不同尺寸的PE浓度进行定量分析,决定系数(R^2)为0.9972,均方根误差(RMSE)为0.033,与随机森林和支持向量机等机器学习模型相比具有显著优势。此外,还可以通过机器学习对样品中MNP的质量浓度快速定量,目前主要用于分析聚合物类型较少的人工污染土壤样品。

4 总结与展望

微纳米塑料(MNPs)作为一种新污染物,在粒径、形貌、密度、聚合物类型、表面特征等方面极具复杂性和多样性,选用合理的采样、预处理和检测方法是评估其污染水平与风险的关键前提。目前,尽管国际上尚未建立统一的MNPs标准分析体系,但多种先进鉴定与表征技术的研发与应用,已为揭示MNPs的全球分布规律和生态风险提供了重要支撑。

由于不同技术原理与应用场景的差异,各类方法在输出塑料颗粒信息上存在互补性。建议未来研究主要关注以下方面。

(1)不同环境介质的MNPs采样和分析方法存在显著差异,导致不同研究间数据可比性不足。为实现全球MNPs污染分布与迁移规律的系统解析,亟需对不同环境样本建立全链条标准化的分析方案,涵盖采样方法规范化(如统一采样量、采样深度、重复频次等)、预处理流程标准化(如消解、分离体系优化)以及数据报告规范化(如统一浓度单位、粒径表征方式等)。

(2)现有分析技术可满足各场景下微纳米塑料基础检测需求,但在灵敏度、分辨率及成本效率上仍存在瓶颈。例如,激光直接红外光谱(LDIR)虽然具有快速、无损和高灵敏度的优势,但其有限的光谱范围($975 \sim 1800\text{cm}^{-1}$)可能会限制某些聚合物类型的精准鉴定。同时MNPs在自然因素下会发生老化降解,且含有多种添加剂干扰,需强化多技术联用策略(如显微技术与光谱技术联用、光谱与质谱技术联用),通过多维度信息互补,实现复杂基质中MNPs的精准鉴别与定量,为环境风险评估提供可靠数据支撑。

(3)人工智能技术在MNPs的检测分析中具有较好的应用前景,但在数据稀缺性、模型可解释性及技术实际部署方面仍面临诸多挑战,未来应基于大规模标注数据集训练高效机器学习模型,实现光谱数据与质谱数据的智能转换。同时,推动人工智能与检测仪器的深度融合,通过智能化手段提升检测精度,实现MNPs的快速自动化分析。

(4)当前MNPs研究面临两大数据瓶颈,首先是缺乏长期、系统性监测数据,导致区域污染水平验证与污染源追溯困难;其次是数据碎片化严重,不同研究间数据集难以整合与对比。因此,应构建覆盖多环境介质、多时空尺度的MNPs监测体系,开展长期动态监测以捕捉污染演变趋势。同时,需建立开源共享的数据集平台,统一数据格式,推动不同研究数据的整合与交叉验证,提升数据的全面性与共享性,为全球尺度污染模拟、风险预测及政策制定提供数据支撑。

A Review of Research Progress on Sampling, Extraction and Analysis of Micro(nano)plastics in Environmental Samples

LIU Yang^{1,2,3}, *CAO Wengeng*^{1,2*}, *WANG Yanyan*^{1,2*}, *TAN Jun*⁴, *LI Zheyang*^{1,2}, *REN Yu*^{1,2,3}

- (1. Institute of Hydrogeology and Environmental Geology, Chinese Academy of Geological Sciences, Shijiazhuang 050061, China;
2. Key Laboratory of Groundwater Contamination and Remediation, Hebei Province & China Geological Survey, Shijiazhuang 050061, China;
3. College of Water Resources and Environment, China University of Geosciences (Beijing), Beijing 100083, China;
4. Hebei Geological Environmental Monitoring Institute, Shijiazhuang 050021, China)

HIGHLIGHTS

- (1) The content and morphology of MNPs in different environments are related to sampling, pretreatment and detection methods.
- (2) Physical morphology, chemical composition, quantity concentration and mass concentration are essential for MNPs detection.
- (3) The introduction of artificial intelligence technology provides a solution for rapid and accurate detection of MNPs.

ABSTRACT: With the widespread use of plastic products, micro(nano)plastics (MNPs) have become a new pollutant of global concern, posing a potential threat to ecosystems and human health. However, the current detection technology system of MNPs has not yet established standardized protocols. The detection of nanoplastics is extremely difficult, which seriously hinders comprehensive assessment of environmental and biological effects. The latest research progress of sampling techniques, pretreatment methods and quantitative analysis strategies of MNPs in different environmental media are reviewed, and the application potential of artificial intelligence technology in solving the existing technical bottlenecks is explored. In terms of sampling, the collection of MNPs in the atmosphere requires combining passive and active sampling to fully capture particle dynamics; water sampling is significantly affected by volume and mesh size, with volume sampling being more advantageous for capturing smaller-sized particles; soil and sediment sampling needs to consider heterogeneity and it is recommended to use core samplers to minimize disturbance, while standardizing sampling depth and volume to enhance data comparability. The selection of pretreatment methods directly impacts MNPs recovery rates and detection accuracy. Density separation and Fenton oxidation demonstrate superior performance in organic matter removal efficiency and plastic structure preservation, while emerging techniques such as elutriation and oil extraction offer new approaches for separating MNPs in complex matrices. In detection and analysis, microscopy and spectroscopy are used to determine the shape, size, and composition of MNPs. Quantitative analysis primarily relies on microscopy and spectroscopy to determine their concentration, while mass spectrometry and total organic carbon analysis are used to determine their mass concentration. Each technique has clear application boundaries. The introduction of artificial intelligence technology has significantly improved the efficiency and accuracy of MNPs automatic classification and quantification. Future research urgently needs to establish standardized analytical protocols for MNPs in different environmental media, develop multi-technique integration schemes, promote the deep integration of artificial intelligence and instrumental detection, and construct open-source shared datasets to provide scientific support for precise governance and control of MNPs environmental pollution.

KEY WORDS: atmosphere; water; soil; sediment; micro(nano)plastics; sample pretreatment; identification and quantification; artificial intelligence

参考文献

- [1] Amos P, Crumpton W G, Wilkinson G, et al. Microplastics in 132 Iowa Lakes and variability in relation to abiotic, biotic, and anthropogenic factors[J]. *Environmental Pollution*, 2025, 369: 125839.
- [2] Isaac Chandran P J, Veerasingam S. Laser direct infrared spectroscopy: A cutting-edge approach to microplastic detection in environmental samples[J]. *Talanta*, 2025, 284: 127284.
- [3] Thompson R C, Olsen Y, Mitchell R P, et al. Lost at sea: Where is all the plastic?[J]. *Science*, 2004, 304(5672): 838–838.
- [4] Yu S, Chen J, Zhang Z, et al. Enhanced extraction of microplastics from terrestrial animal intestinal tissues via optimized Fenton oxidation[J]. *Journal of Hazardous Materials*, 2025, 493: 138427.
- [5] Zhao B, Richardson R E, You F Q. Microplastics monitoring in freshwater systems: A review of global efforts, knowledge gaps, and research priorities[J]. *Journal of Hazardous Materials*, 2024, 477: 135329.
- [6] Zhu L, Zhu J Y, Zuo R, et al. Identification of microplastics in human placenta using laser direct infrared spectroscopy[J]. *Science of the Total Environment*, 2023, 856: 159060.
- [7] Rauert C, Charlton N, Bagley A, et al. Assessing the efficacy of pyrolysis–gas chromatography–mass spectrometry for nanoplastic and microplastic analysis in human blood[J]. *Environmental Science & Technology*, 2025, 59(4): 1984–1994.
- [8] Shi Y, Shi L, Huang H, et al. Analysis of aged microplastics: A review[J]. *Environmental Chemistry Letters*, 2024, 22(4): 1861–1888.
- [9] 王佳敏, 高峡. 微塑料检测技术进展及国内外标准现状[J]. *分析测试学报*, 2025, 44(5): 936–946.
Wang J M, Gao X. Advances in microplastic determination technologies and current status of domestic and international standards[J]. *Journal of Instrumental Analysis*, 2025, 44(5): 936–946.
- [10] Cha J, Lee J Y, Lee J. Effects of groundwater sample volume on identified microplastics in groundwater of an agricultural area in Korea[J]. *Science of the Total Environment*, 2024, 911: 168650.
- [11] Brewer R, Peard J, Heskett M. A critical review of discrete soil sample data reliability: Part 2—implications[J]. *Soil & Sediment Contamination*, 2017, 26(1): 23–44.
- [12] Shao L Y, Li Y W, Jones T, et al. Airborne microplastics: A review of current perspectives and environmental implications[J]. *Journal of Cleaner Production*, 2022, 347: 131048.
- [13] Beck J N, Sneddon J. Use of atomic absorption spectrometry for the determination of metals in sediments in South-West Louisiana[J]. *Microchemical Journal*, 2000, 66(1): 73–113.
- [14] Zheng K X, Wang P, Lou X M, et al. A review of airborne micro- and nano-plastics: Sampling methods, analytical techniques, and exposure risks[J]. *Environmental Pollution*, 2024, 363: 125074.
- [15] Kernchen S, Löder M G J, Fischer F, et al. Airborne microplastic concentrations and deposition across the Weser River catchment[J]. *Science of the Total Environment*, 2022, 818: 151812.
- [16] Saad D, Ramaremsa G, Ndlovu M, et al. Microplastic abundance and sources in surface water samples of the Vaal River, South Africa[J]. *Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology*, 2024, 112(1): 23.
- [17] Lindeque P K, Cole M, Coppock R L, et al. Are we underestimating microplastic abundance in the marine environment? A comparison of microplastic capture with nets of different mesh-size[J]. *Environmental Pollution*, 2020, 265: 114721.
- [18] Yu M J, Herrmann B, Liang H, et al. Size selection in sampling nets leads to underestimation of microplastic pollution[J]. *Environmental Pollution*, 2025, 372: 126007.
- [19] 陈雯, 余绍文, 王妍妍, 等. 洞庭湖湿地枯水期地表水体微塑料的赋存特征及风险评估[J/OL]. *岩矿测试* (2025-07-10)[2025-07-16]. <https://doi.org/10.15898/j.ykcs.202504030078>.
- Chen W, Yu S W, Wang Y Y, et al. Occurrence characteristics and risk assessment of microplastics in surface water of Dongting Lake wetland during the dry season[J]. *Rock and Mineral Analysis* (2025-07-10)[2025-07-16]. <https://doi.org/10.15898/j.ykcs.202504030078>.
- [20] Deakin K, Savage G, Jones J S, et al. Sea surface

- microplastics in the Galapagos: Grab samples reveal high concentrations of particles $< 200\mu\text{m}$ in size[J]. *Science of the Total Environment*, 2024, 923: 171428.
- [21] Samandra S, Johnston J M, Jaeger J E, et al. Microplastic contamination of an unconfined groundwater aquifer in Victoria, Australia[J]. *Science of the Total Environment*, 2022, 802: 149727.
- [22] 李波, 谢建云, 洪滨, 等. 城市湖泊沉积物微塑料赋存特征和生态风险[J]. *中国环境科学*, 2025, 45(6): 3289–3298.
- Li B, Xie J Y, Hong B, et al. Occurrence characteristics and ecological risks of microplastic in sediments from an urban lake[J]. *China Environmental Science*, 2025, 45(6): 3289–3298.
- [23] Raj D, Maiti S K. Critical assessment of approach towards estimation of microplastics in environmental matrices[J]. *Land Degradation and Development*, 2023, 34(10): 2735–2749.
- [24] Scherer C, Weber A, Stock F, et al. Comparative assessment of microplastics in water and sediment of a large European river[J]. *Science of the Total Environment*, 2020, 738: 139866.
- [25] Löder M G J, Imhof H K, Ladehoff M, et al. Enzymatic purification of microplastics in environmental samples[J]. *Environmental Science & Technology*, 2017, 51(24): 14283–14292.
- [26] Rynek R, Tekman M B, Rummel C, et al. Hotspots of floating plastic particles across the North Pacific Ocean[J]. *Environmental Science & Technology*, 2024, 58(9): 4302–4313.
- [27] Zheng S, Zhou B, Guo N, et al. Optimization and application of pretreatment method of microplastics detection in municipal solid waste landfills[J]. *Waste Management*, 2024, 183: 260–270.
- [28] Liang S, Liu J, Bao M, et al. Microplastics in lakes: Distribution patterns and influencing factors[J]. *Journal of Hazardous Materials*, 2025, 493: 138339.
- [29] 曹文庚, 王妍妍, 张亚南, 等. 含微塑料地下水的污染现状、环境风险及其发展趋势[J]. *中国地质*, 2024, 51(6): 1895–1916.
- Cao W G, Wang Y Y, Zhang Y N, et al. Pollution status, environmental risk and development trend of groundwater containing microplastics[J]. *Geology in China*, 2024, 51(6): 1895–1916.
- [30] Li Q L, Wu J T, Zhao X P, et al. Separation and identification of microplastics from soil and sewage sludge[J]. *Environmental Pollution*, 2019, 254: 113076.
- [31] Gran A, Vidal-Barrachina D, Casado-Coy N, et al. Comparing methods for optimising microplastic extraction in sediment through density separation[J]. *Environmental Pollution*, 2025, 383: 126894.
- [32] Han X X, Lu X Q, Vogt R D. An optimized density-based approach for extracting microplastics from soil and sediment samples[J]. *Environmental Pollution*, 2019, 254: 113009.
- [33] Liu Y D, Gao F L, Li Z Z, et al. An optimized procedure for extraction and identification of microplastics in marine sediment[J]. *Marine Pollution Bulletin*, 2021, 165: 112130.
- [34] Kedzierski M, Véronique L V, Bourseau P, et al. Microplastics elutriation system. Part A: Numerical modeling[J]. *Marine Pollution Bulletin*, 2017, 119(2): 151–161.
- [35] Chen Y, Junaid M, Yin K, et al. Development and application of an efficient microplastics extraction method based on glycerol flotation for environmental soil samples[J]. *Gondwana Research*, 2025, 143: 226–238.
- [36] Stock F, Kochleus C, Bänsch-Baltruschat B, et al. Sampling techniques and preparation methods for microplastic analyses in the aquatic environment—A review[J]. *Trends in Analytical Chemistry*, 2019, 113: 84–92.
- [37] Grbic J, Nguyen B, Guo E, et al. Magnetic extraction of microplastics from environmental samples[J]. *Environmental Science & Technology Letters*, 2019, 6(2): 68–72.
- [38] Felsing S, Kochleus C, Buchinger S, et al. A new approach in separating microplastics from environmental samples based on their electrostatic behavior[J]. *Environmental Pollution*, 2018, 234: 20–28.
- [39] Chen G L, Fu Z L, Yang H R, et al. An overview of analytical methods for detecting microplastics in the atmosphere[J]. *Trends in Analytical Chemistry*, 2020, 130: 115981.
- [40] Ho D, Liu S D, Wei H, et al. The glowing potential of Nile red for microplastics identification: Science and mechanism of fluorescence staining[J]. *Microchemical Journal*, 2024, 197: 109708.
- [41] Lu N, Su Q, Li Y X, et al. Characterization of microplastic distribution, sources and potential ecological risk assessment of domestic sewage from

- ships[J]. *Environmental Research*, 2025, 268: 120755.
- [42] Sivasankar V, Sunitha T G. Microplastics and pollutants: Interactions, degradations and mechanisms[M]. Cham: Springer Nature Switzerland, 2024.
- [43] Nene A, Sadeghzade S, Viaroli S, et al. Recent advances and future technologies in nano-microplastics detection[J]. *Environmental Sciences Europe*, 2025, 37(1): 7.
- [44] Fan Y F, Zheng J L, Deng L G, et al. Spatiotemporal dynamics of microplastics in an urban river network area[J]. *Water Research*, 2022, 212: 118116.
- [45] Araujo C F, Nolasco M M, Ribeiro A M P, et al. Identification of microplastics using Raman spectroscopy: Latest developments and future prospects[J]. *Water Research*, 2018, 142: 426–440.
- [46] Ziajahromi S, Lu H C, Dwyer J, et al. Transport and accumulation of microplastics from biosolids to Australian agricultural soils: Detection of microplastics down to 1 μ m[J]. *Environmental Science & Technology*, 2024, 58(38): 17048–17057.
- [47] Borman S A. Nonlinear Raman spectroscopy[J]. *Analytical Chemistry*, 1982, 54(9): 1021A–1026A.
- [48] Xie L F, Gong K D, Liu Y Y, et al. Strategies and challenges of identifying nanoplastics in environment by surface-enhanced Raman spectroscopy[J]. *Environmental Science & Technology*, 2023, 57(1): 25–43.
- [49] Xu G J, Cheng H Y, Jones R, et al. Surface-enhanced Raman spectroscopy facilitates the detection of microplastics < 1 μ m in the environment[J]. *Environmental Science & Technology*, 2020, 54(24): 15594–15603.
- [50] Ruan X J, Xie L, Liu J, et al. Rapid detection of nanoplastics down to 20nm in water by surface-enhanced Raman spectroscopy[J]. *Journal of Hazardous Materials*, 2024, 462: 132702.
- [51] Xing F Y, Duan W M, Tang J X, et al. Superhydrophobic surface-enhanced Raman spectroscopy (SERS) substrates for sensitive detection of trace nanoplastics in water[J]. *Analytical Chemistry*, 2025, 97(4): 2293–2299.
- [52] Li P, Lai Y J, Zheng R G, et al. Extraction of common small microplastics and nanoplastics embedded in environmental solid matrices by tetramethylammonium hydroxide digestion and dichloromethane dissolution for Py-GC-MS determination[J]. *Environmental Science & Technology*, 2023, 57(32): 12010–12018.
- [53] Xu Y H, Ou Q, Jiao M, et al. Identification and quantification of nanoplastics in surface water and groundwater by pyrolysis gas chromatography–mass spectrometry[J]. *Environmental Science & Technology*, 2022, 56(8): 4988–4997.
- [54] Lou F F, Wang J, Sun C, et al. Influence of interaction on accuracy of quantification of mixed microplastics using Py-GC/MS[J]. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 2022, 10(3): 108012.
- [55] Lee J H, Kim M J, Kim C S, et al. Detection of microplastic traces in four different types of municipal wastewater treatment plants through FT-IR and TED-GC-MS[J]. *Environmental Pollution*, 2023, 333: 122017.
- [56] Braun U, Altmann K, Herper D, et al. Smart filters for the analysis of microplastic in beverages filled in plastic bottles[J]. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 2021, 38(4): 691–700.
- [57] Dümichen E, Barthel A K, Braun U, et al. Analysis of polyethylene microplastics in environmental samples, using a thermal decomposition method[J]. *Water Research*, 2015, 85: 451–457.
- [58] Sorolla-Rosario D, Llorca-Porcel J, Pérez-Martínez M, et al. Microplastics' analysis in water: Easy handling of samples by a new thermal extraction desorption-gas chromatography-mass spectrometry (TED-GC/MS) methodology[J]. *Talanta*, 2023, 253: 123829.
- [59] Lin Y, Huang X, Liu Q, et al. Thermal fragmentation enhanced identification and quantification of polystyrene micro/nanoplastics in complex media[J]. *Talanta*, 2020, 208: 120478.
- [60] Wu P, Tang Y, Cao G, et al. Determination of environmental micro(nano)plastics by matrix-assisted laser desorption/ionization–time-of-flight mass spectrometry[J]. *Analytical Chemistry*, 2020, 92(21): 14346–14356.
- [61] Lai Y J, Dong L J, Li Q C, et al. Counting nanoplastics in environmental waters by single particle inductively coupled plasma mass spectrometry after cloud-point extraction and in situ labeling of gold nanoparticles[J]. *Environmental Science & Technology*, 2021, 55(8): 4783–4791.
- [62] Jiménez-Lamana J, Marigliano L, Allouche J, et al. A novel strategy for the detection and quantification of nanoplastics by single particle inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)[J]. *Analytical*

- Chemistry*, 2020, 92(17): 11664–11672.
- [63] Hong Y, Oh J, Lee I, et al. Total-organic-carbon-based quantitative estimation of microplastics in sewage[J]. *Chemical Engineering Journal*, 2021, 423: 130182.
- [64] Li P, Lai Y J, Li Q C, et al. Total organic carbon as a quantitative index of micro- and nano-plastic pollution[J]. *Analytical Chemistry*, 2022, 94(2): 740–747.
- [65] 付宇, 曹文庚, 张娟娟. 基于随机森林建模预测河套盆地高砷地下水风险分布[J]. *岩矿测试*, 2021, 40(6): 860–870.
- Fu Y, Cao W G, Zhang J J. High arsenic risk distribution prediction of groundwater in the Hetao Basin by random forest modeling[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2021, 40(6): 860–870.
- [66] Hufnagl B, Stibi M, Martirosyan H, et al. Computer-assisted analysis of microplastics in environmental samples based on μ FTIR imaging in combination with machine learning[J]. *Environmental Science & Technology Letters*, 2022, 9(1): 90–95.
- [67] Gong L, Martinez O, Mesquita P, et al. A microfluidic approach for label-free identification of small-sized microplastics in seawater[J]. *Scientific Reports*, 2023, 13(1): 11011.
- [68] Xu L J, Chen Y J, Feng A, et al. Study on detection method of microplastics in farmland soil based on hyperspectral imaging technology[J]. *Environmental Research*, 2023, 232: 116389.
- [69] Xie L F, Luo S H, Liu Y Y, et al. Automatic identification of individual nanoplastics by Raman spectroscopy based on machine learning[J]. *Environmental Science & Technology*, 2023, 57(46): 18203–18214.
- [70] Han X L, Jiang N J, Hata T, et al. Deep learning based approach for automated characterization of large marine microplastic particles[J]. *Marine Environmental Research*, 2023, 183: 105829.
- [71] Akkajit P, Sukkuea A, Thongnonghin B. Comparative analysis of five convolutional neural networks and transfer learning classification approach for microplastics in wastewater treatment plants[J]. *Ecological Informatics*, 2023, 78: 102328.
- [72] Tian X, Beén F, Bäuerlein P S. Quantum cascade laser imaging (LDIR) and machine learning for the identification of environmentally exposed microplastics and polymers[J]. *Environmental Research*, 2022, 212: 113569.
- [73] Dong H K, Zhang R X, Wang X P, et al. Geographical features and management strategies for microplastic loads in freshwater lakes[J]. *NPJ Clean Water*, 2025, 8(1): 1–11.
- [74] Shi B, Patel M, Yu D, et al. Automatic quantification and classification of microplastics in scanning electron micrographs via deep learning[J]. *Science of the Total Environment*, 2022, 825: 153903.
- [75] Lee S, Jeong H, Hong S M, et al. Automatic classification of microplastics and natural organic matter mixtures using a deep learning model[J]. *Water Research*, 2023, 246: 120710.
- [76] Luo Y L, Su W, Rabbi M F, et al. Quantitative analysis of microplastics in water environments based on Raman spectroscopy and convolutional neural network[J]. *Science of the Total Environment*, 2024, 926: 171925.