

多种微塑料提取方法在中国典型土壤中的应用

赵小丽¹, 刘子涵¹, 从辰宇¹, 韩剑桥^{1,2*}

(1. 西北农林科技大学水土保持研究所, 杨凌 712100; 2. 中国科学院水利部水土保持研究所, 杨凌 712100)

摘要: 为探究我国典型区域土壤中微塑料的提取及成分鉴定方法, 通过人工模拟微塑料的方法, 评估了水 + 油(T1)、饱和 NaCl 溶液 + 油(T2)、饱和 NaCl 溶液(T3)这3种处理方法对4种典型区域土壤(黑土、黄土、红土和紫土)中4种类型微塑料[聚对苯二甲酸乙二酯(polyethylene terephthalate, PET)、聚丙烯(polypropylene, PP)、聚苯乙烯(polystyrene, PS)和聚乙烯(polyethylene, PE)]的检测效果. 结果表明: ①T3处理下土壤中微塑料提取率随微塑料密度的增大而降低, 对PP、PE、PS的提取率均大于86.67%, 而PET的提取率仅为0%~13.30%; ②T1和T2处理下, 黑土、黄土和紫土中4种微塑料的提取率均为86.67%~100.00%, 但微塑料表层残留的油会影响傅里叶变换红外光谱(FTIR)对微塑料成分性质的鉴定, 配合无水乙醇清洗后, PE和PS鉴定效果仍不佳; ③T1和T2处理下红土中PET的提取率分别为56.60%和50.00%, T3处理下红土中PET、PE和PP的提取率分别为3.33%、10.00%和56.67%. 结果表明, 黄土、黑土和紫土中4种微塑料采用T1和T2提取效果均较好, 但需配合无水乙醇进行清洗, T3处理会导致对密度 $>1\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ 微塑料PET的漏测; 红土中微塑料的提取方法有待进一步探索研发.

关键词: 典型土壤; 微塑料; 提取率; 傅里叶变换红外光谱(FTIR); 成分鉴定

中图分类号: X53 文献标识码: A 文章编号: 0250-3301(2021)10-4872-08 DOI: 10.13227/j.hjkk.202102013

Application of Various Methods to Extract Microplastic from Typical Soils in China

ZHAO Xiao-li¹, LIU Zi-han¹, CONG Chen-yu¹, HAN Jian-qiao^{1,2*}

(1. Institute of Soil and Water Conservation, Northwest A&F University, Yangling 712100, China; 2. Institute of Soil and Water Conservation, Chinese Academy of Sciences and Ministry of Water Resources, Yangling 712100, China)

Abstract: Microplastics have been found in many environmental systems, such as oceans, terrestrial soils, sediments, and bodies of freshwater. Microplastic pollution in soils has received extensive international attention; however, there is currently no unified standard extraction method. To identify appropriate extraction and component identification methods for microplastics in typical soils in China, samples were identified and their polymer component properties examined using ATR-FTIR (Thermo Nicolet IS 20). The effects of three treatments of water + oil (T1), a saturated NaCl solution + oil (T2), and a saturated NaCl solution (T3) on the detection of four types of microplastics [polyethylene terephthalate (PET), polypropylene (PP), polystyrene (PS), and polyethylene (PE)] in four typical soils (loess, black soil, red soil, and purple soil) were examined. The results showed that: ① The extraction rates of the T3 treatment decreased with microplastic density. For PP, PE, and PS, the extraction rates exceeded 86.67%, and the extraction rates of PET were 0%-13.30%. ② The extraction rates of the four kinds of microplastics were 86.67%-100.00% in loess, black soil, and purple soil using the T1 and T2 solutions; however, the residual oil on the surface of microplastics influenced the identification using FTIR. Furthermore, the cleaning effect of PE and PS was poor after wiping with anhydrous ethanol. ③ In red soil, the extraction rates of PET were 56.60% and 50.00% in T1 and T2, respectively; in the T3 treatment, the extraction rates of PET, PE, and PP were 3.33%, 10.00%, and 56.67%, respectively. These results show that the extraction rates of four types microplastics are highest for loess, black soil, and purple soil using T1 and T2, although these two methods need to be combined with anhydrous ethanol cleaning. T3 dispose making the leak of microplastics PET with the density higher than $1\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Methods to extract microplastics from red soils require further research. Overall, this study can inform the investigation and treatment of microplastic pollution in typical regional soils in China.

Key words: typical soil; microplastics; extraction rates; FTIR; ingredient identification

微塑料是指尺寸小于5 mm的微粒聚合物^[1-4]. 土壤中的微塑料在迁移过程中, 一部分残留在土壤表层, 另一部分经雨水淋洗进入深层土壤, 有研究表明, 积存于土壤中的微塑料易被植物侧根系吸收, 不利于种子萌发, 还会改变土壤结构, 加剧土壤缺水, 影响土壤生态系统的健康^[5-8]. 同时发现, 存在于水稻组织中的微塑料, 经过食物链的传递, 长时间在人体内积累, 影响人类健康^[9-11]. 微塑料在环境中可作为化学物质的载体, 将环境中的重金属、多氯联苯和杀虫剂等富集其表面, 产生复合污染效应^[12,13]. 检测土壤中的微塑料, 是研究微塑料迁移过程和治理技术的基础, 对生态系统保护和土地合理利用等至关重要.

微塑料检测包括分离提取和成分鉴定两个步骤, 微塑料分离提取方法尚未统一. 目前普遍使用饱和 NaCl 溶液 ($1.20\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) 分离法, 该方法原料便宜且易操作. 屈沙沙等^[14]的研究利用2%的饱和 NaCl 溶液提取化妆品中的聚乙烯(PE)微珠, 提取率达93.20%; 鉴于饱和 NaCl 溶液对密度大于 $1\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ 的微塑料提取效果较差, Wen 等^[15]的研究采用密度更高的 ZnCl_2 溶液 ($1.70\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) 对河流沉

收稿日期: 2021-02-02; 修订日期: 2021-03-28

基金项目: 国家自然科学基金项目(41807067, 41907061); 中国科协青年人才托举工程项目(2019-2021 QNRC001)

作者简介: 赵小丽(1997~), 女, 硕士研究生, 主要研究方向为流域泥沙与环境, E-mail: 780673504@qq.com

* 通信作者, E-mail: hjq13@163.com

积物中的微塑料进行浮选,显示微塑料丰度在 $(270.17 \pm 48.23) \sim (866.59 \pm 37.96)$ items \cdot kg $^{-1}$,但 ZnCl₂ 溶液成本高,污染重;董明潭等^[16]的研究采用油提取法对泥质湖泊沉积物、黏土、壤土和沙土中的聚对苯二甲酸乙二酯(PET)和聚氯乙烯(PVC)进行提取,提取率均大于 88.00%,然而微塑料表面残留的油会影响拉曼光谱(RM)和傅里叶变换红外光谱(FTIR)对微塑料成分性质的鉴定,针对这一问题,已有研究表明可通过无水乙醇处理,减少油对光谱图的影响^[17]。

目前微塑料成分性质鉴定方法普遍采用 RM 和 FTIR 检测,这两种检测方法只需少量样品就能实现微塑料的参数分析^[18]。RM 检测时间一般可达 38 h,样品中若含有荧光物质,会干扰检测结果^[19];FTIR 检测操作过程简单、灵敏度高且速度远超 MR,对每个微塑料颗粒类似物能够生成光谱图像^[20,21],张宇波等^[22]的研究指出 FTIR 对环境中微塑料的检测准确率达 86.00% 以上。本试验将油提取法和密度分离法与 FTIR 相结合对微塑料进行提取检测,是目前较优的提取和鉴定分析方法。

我国幅员辽阔,土壤种类多样,针对不同区域和不同土壤类型如何有效分离微塑料尚未有统一标准^[23]。本研究选取东北黑土、西北黄土、南方红土和西南紫土作为试验对象,设置油提取法(水+油、饱和 NaCl 溶液+油)和密度分离法(饱和 NaCl 溶液)^[24]这 2 种分离方法,3 种处理方法,评估其对不同类型和不同密度微塑料的分离效果和成分性质鉴定的影响,通过总结中国不同典型区域土壤适宜的微塑料检测方法,以期为土壤中微塑料的研究和治理提供一定技术支撑。

1 材料与方法

1.1 土壤来源及其特征

本试验选取 4 种具有代表性的土壤类型,分别为陕西安塞黄土、黑龙江九三黑土、江西南昌红土和四川盐亭紫土,具体理化性质见表 1。我国黄土面积达 63.10 万 km²,占中国陆地总面积的 6.60%^[25],黄土风化层较厚,针铁矿含量较高^[26],铵态氮、土壤容重和有机质含量都较低,土壤较为贫瘠;典型黑土面积约 17 万 km²,集中区域位于黑龙江,该地寒冷、半湿润,有利于有机质积聚^[26];紫土面积达 18 万 km²,是紫色岩石风化而成的初育土^[27],硝态氮和全磷含量较高,分布在物理风化作用和氧化作用较强的四川盆地丘陵地区;红土是在长期湿润温暖的气候下形成的,土壤的淋湿作用较强,导致铁铝氧化物相对富集,全氮含量、阳离子交

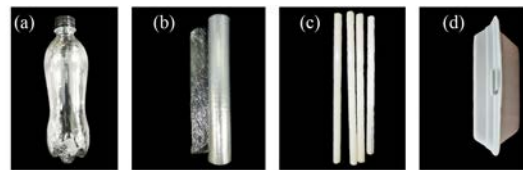
表 1 4 种类型土壤理化特征

指标	土壤类型			
	黄土	黑土	紫土	红土
全氮含量/g \cdot kg $^{-1}$	0.83	1.35	0.81	1.50
全磷含量/g \cdot kg $^{-1}$	0.80	0.70	0.84	0.15
速效磷/mg \cdot kg $^{-1}$	16.60	5.55	9.02	12.50
有机质含量/g \cdot kg $^{-1}$	7.53	16.40	8.75	13.10
阳离子交换量/cmol \cdot kg $^{-1}$	15.87	21.50	10.59	18.84
pH	8.14	4.86	8.20	4.97
铵态氮/mg \cdot kg $^{-1}$	2.69	11.54	3.17	3.95
硝态氮/mg \cdot kg $^{-1}$	12.60	8.45	17.69	7.25
容重/g \cdot cm $^{-3}$	1.20	1.31	1.34	1.37

换量、土壤容重、有机质和速效磷含量较高。

1.2 微塑料的制备

本研究选取生活中使用最为广泛的聚对苯二甲酸乙二酯(PET)、聚丙烯(PP)、聚苯乙烯(PS)、聚乙烯(PE)作为典型微塑料样品,4 种微塑料密度依次为 1.37、0.84、0.92 和 0.95 g \cdot cm $^{-3}$ 。微塑料的制备分别取自于矿泉水瓶(PET)、塑料水管(PP)、快餐盒(PS)和保鲜膜(PE),人工将塑料用剪刀剪碎,使其粒径小于 5 mm(图 1)。



(a) 塑料瓶, (b) 保鲜膜, (c) 塑料水管, (d) 快餐盒

图 1 试验所用微塑料的样品示例

Fig. 1 Sample of microplastics in the texts

1.3 试验设计

为探究不同处理方法对土壤微塑料提取率的影响,本试验选取黄土、黑土、红土和紫土这 4 种典型土壤,选择 PET、PP、PS 和 PE 这 4 种微塑料,设置水+油(T1)、饱和 NaCl 溶液+油(T2)、饱和 NaCl 溶液(T3)这 3 种组合溶液处理方法,重复 3 次,共计 144 组试验。采用衰减全反射傅里叶变换红外光谱仪(ATR-FTIR Thermo Nicolet IS 20,美国;光谱范围 400~4 000 cm $^{-1}$,分辨率 0.25 cm $^{-1}$)检测微塑料成分,观测每种处理方法对提取微塑料成分鉴定的干扰作用。ATR-FTIR 能够吸收化合物中特定官能团的红外光,引起集团振动能级跃迁,产生红外吸收光谱,红外光谱特征性强,金刚石稳定且耐化学试剂,以金刚石为晶体的 ATR 附件操作简单,能够提供合适的吸收光程^[28]。本试验具体步骤如下。

土样准备: 将土样放置在 105℃ 的烘箱中烘 24 h 后取出,冷却至室温,放到研钵中研碎,在电子秤上称取 50 g 干土倒入 250 mL 的锥形瓶中。

微塑料添加: 向装有土样的锥形瓶中添加 10

个微塑料碎片,用玻璃棒搅拌均匀。

加入试剂,静置分层:用量筒分别量取溶液(T1、T2和T3)加入锥形瓶后,用木塞封住瓶口,单手剧烈摇晃30 s,随后静置20 min,使土层、水层和油层完全分离。

抽滤:将锥形瓶中的上清液缓慢倒入装好滤膜(直径10 cm,孔径0.45 μm)的韦氏漏斗中,打开抽滤机开关进行抽滤,待漏斗中的水分较少时关闭开关。

对油过滤的处理,当抽滤瓶内外气压一致时,向滤纸上加入5 mL无水乙醇,充分反应2 min后,进行抽滤,抽滤结束时观察滤膜表面,若还存在明显的油光,则再向滤膜中加入5 mL无水乙醇,重复上述操作,直至无明显的油光出现,将滤膜放到培养皿中风干,以上提取步骤示意如图2所示。

微塑料数量观测:目视观测培养皿滤膜上不同种类微塑料的数量,并在土壤中寻找残留校正结果。

光谱检测:用傅里叶变换红外光谱仪检测风干后滤膜上的微塑料,得到光谱图。



图2 油提取步骤示意

Fig. 2 Process of the oil extraction protocol

2 结果与分析

2.1 不同方法对典型土壤的微塑料分离结果

黄土中微塑料提取率如图3所示,T1和T2处理下微塑料PET的提取率分别为100.00%和96.67%;除PE在T1条件下的提取率为86.67%

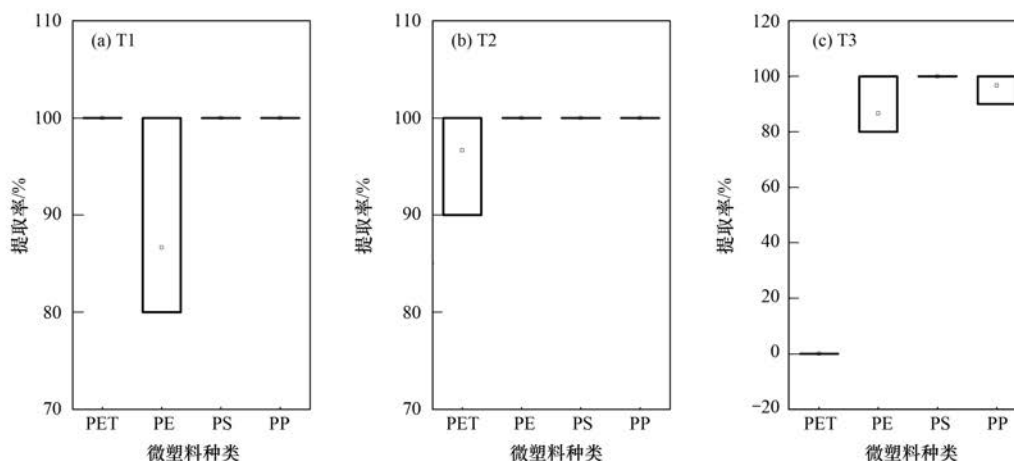


图3 不同处理方法下黄土中微塑料的提取率

Fig. 3 Extraction rates of microplastic from loess under the different treatments

外,T1和T2处理对微塑料PE、PS和PP提取率均为100.00%;T3处理下微塑料PE、PS和PP提取率均在80.00%以上,而对PET的提取率为0%,无异常值出现。

黑土中微塑料提取结果与黄土相似(图4),T1(T2)处理对PET、PE、PS和PP这4种微塑料的提取率分别为93.30%(90.00%)、93.30%(88.00%)、100.00%(100.00%)和100.00%(93.00%);T3处理下PET的平均提取率仅为13.30%,对PE、PS和PP这3种微塑料的提取率分别为87.78%、100.00%和100.00%。

紫土中4种微塑料的提取率与黄土、黑土的提取效果相似(图5),T1处理下PET、PE、PS和PP这4种微塑料的提取率分别为96.60%、93.30%、100.00%和100.00%,T2处理与T1处理的提取结果一致;T3处理下PET的提取率为0%,PE、PS和PP的提取率分别为86.67%、100.00%和96.67%。

红土中3种处理对PET的提取率以及T3处理对PE和PP的提取率(图6)相比黄土、黑土和紫土较低。T1和T2处理下PET的提取率分别为50.00%和56.60%,T1(T2)处理下PE、PS和PP这3种微塑料的提取率分别为86.60%(86.67%)、100.00%(100.00%)和96.60%(100.00%)。T3处理下微塑料PET的提取率仅为3.33%;对PE、PS和PP这3种微塑料的提取率分别为10.00%、96.67%和56.67%。

2.2 3种分离提取方法下微塑料光谱图变化特征

T1处理下4种典型土壤中4种微塑料不经无水乙醇清洗前,由于油的影响,在1150、1750和3000 cm^{-1} 处本该为波谷却显示为波峰,经无水乙醇清洗后,微塑料红外光谱与原空白样本符合度较高;黄土中的PS在T1处理下[图7(a)],波段

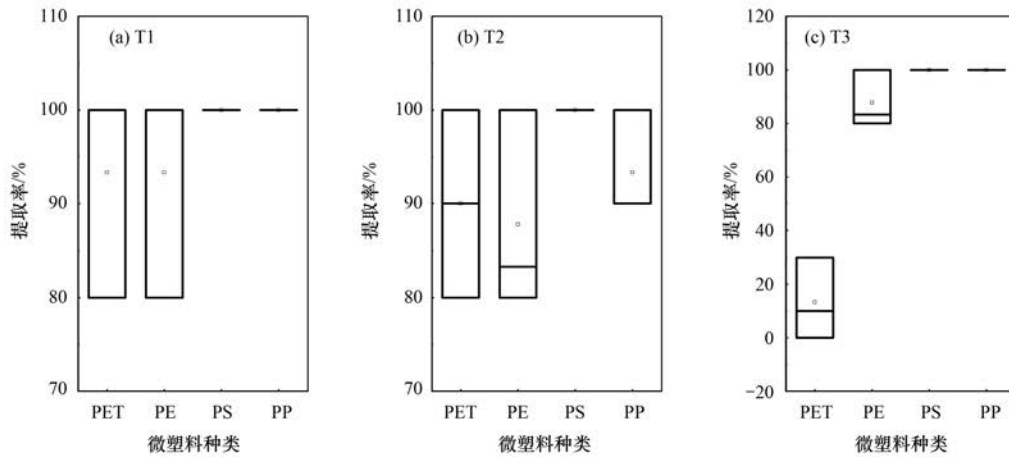


图4 不同处理方法下黑土中微塑料的提取率

Fig. 4 Extractions rates of microplastic from black soil under the different treatments

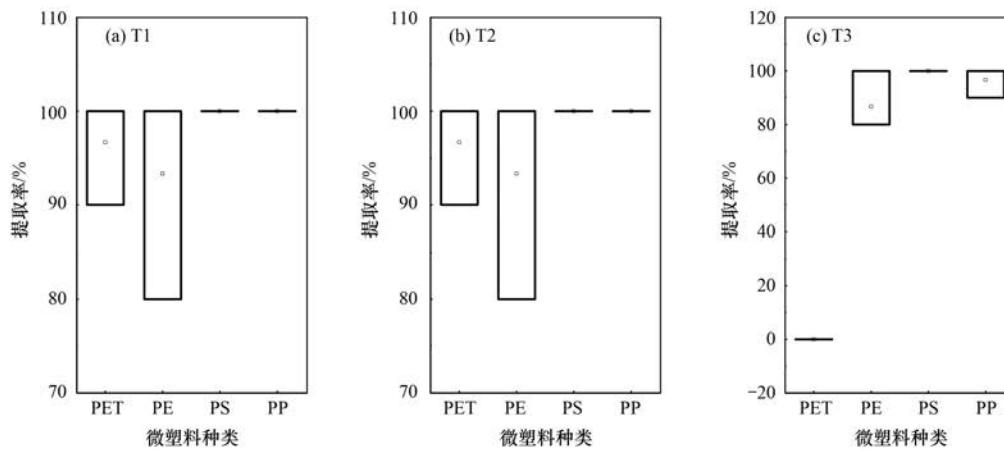


图5 不同处理方法下紫土中微塑料的提取率

Fig. 5 Extraction rates of microplastic from purple soil under the different treatments

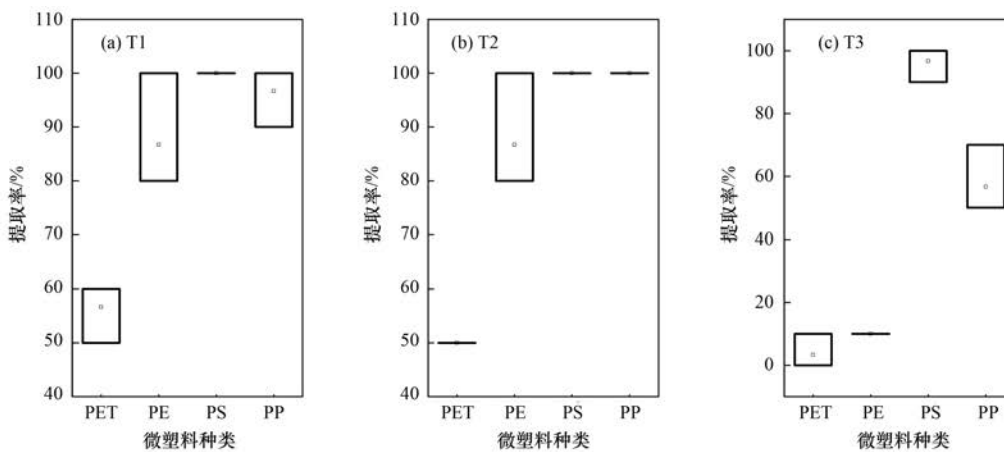


图6 不同处理方法下红土中微塑料的提取率

Fig. 6 Extraction rates of microplastic from red soil under the different treatments

2 750 ~ 3 000 cm^{-1} 范围内显示为波峰,经无水乙醇清洗后峰值有所降低,但峰形较清洗前并未发生变化,且在指纹区出现新的峰值,与原空白样品的光谱图不一致,PET 和 PP 经无水乙醇清洗后与原样品的光谱图符合度较高.红土中 PE 和 PS 用无水乙醇清洗后在 1 150、1 750 和 3 000 cm^{-1} 处波峰有所降低,

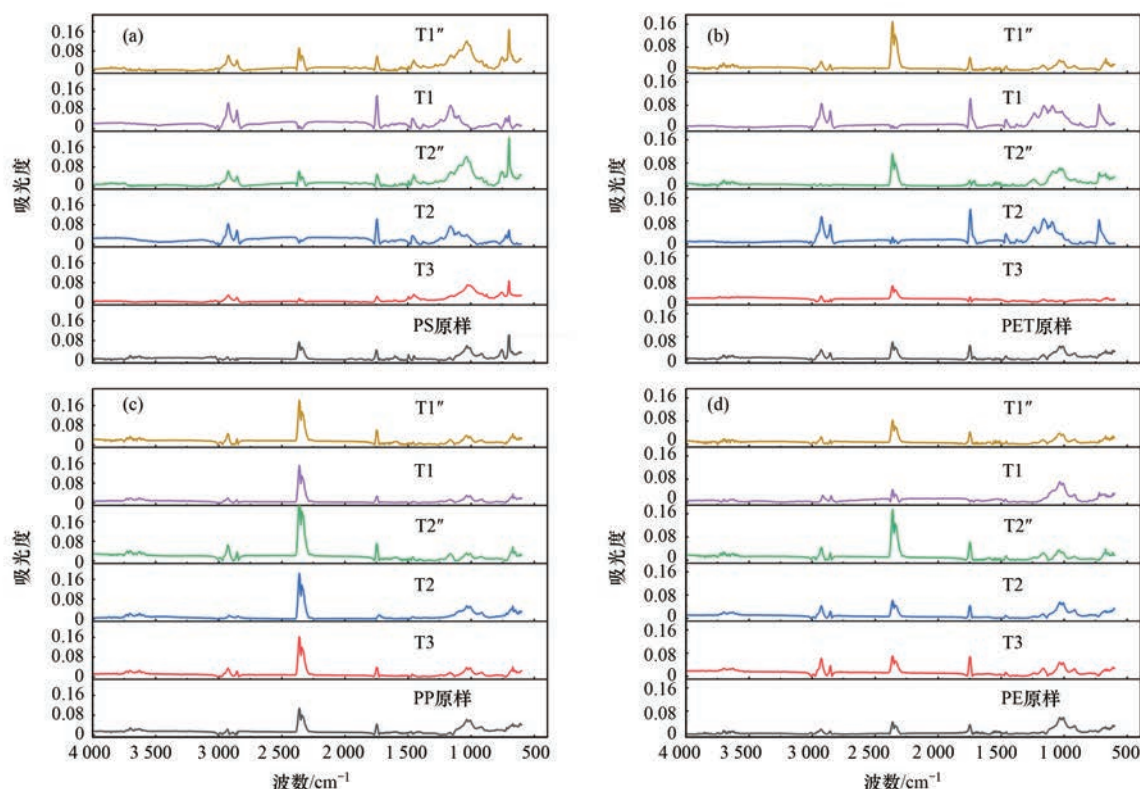
但其它波段又有新波峰出现,PP 在 T1 处理下[图 7 (c)],在 1 750 cm^{-1} 处,峰值较低,经无水乙醇清洗后,峰值提高,光谱图官能团区的波形与原样品更相似.紫土中经无水乙醇清洗的 4 种微塑料的红外光谱图与原样品光谱图符合度较高.

T2 的处理结果与 T1 处理相似.黄土中经无水

乙醇清洗的 PS 微塑料[图 7(a)],在本该显示为波谷的波段处仍显示为波峰,峰值较未经无水乙醇清洗有所降低,其他 3 类微塑料与原样品的光谱图符合度较高.黑土中 PET 在 T2 处理下[图 7(b)],波段 2 250 ~ 2 500 cm^{-1} 范围内显示为波谷,经无水乙醇清洗后的样品光谱图与原样品的红外光谱图符合度较高.红土中 PP 的波峰波谷在波段范围为 2 750 ~ 3 000 cm^{-1} 以及 1 750 cm^{-1} 处界限不明显[图 7(c)],经无水乙醇清洗后,波峰波谷显示清晰,且与原样品光谱图符合度较高.紫土中微塑料 PE 在 T2 处理下[图 7(d)],波段 1 000 ~ 1 250 cm^{-1} 范围内,峰形与原样品相似,但经过无水乙醇处理后,在此波

段范围内出现较大的波谷;PET 和 PP 经无水乙醇清洗的红外光谱图在 1 150、1 750 和 3 000 cm^{-1} 处仍显示为波峰,处理效果不显著.

T3 处理下黄土中 4 种微塑料的红外光谱图与原样品相比,在 1 150、1 750 和 3 000 cm^{-1} 处出现异常,PS[图 7(a)]官能团区峰值较原样品低;黑土中 PET[图 7(b)]在指纹区(波段 750 ~ 1 500 cm^{-1})峰值较原样品低,红土中 PP[图 7(c)]在波段为 1 750 和 2 750 ~ 3 000 cm^{-1} 的峰值较原样品高,但整体峰形和峰位都与原样品相似,紫土中经 T3 处理的 4 种微塑料,其红外光谱与原空白样本的红外光谱一致.



(a)黄土中 PS 型微塑料,(b)黑土中 PET 型微塑料,(c)红土中 PP 型微塑料,(d)紫土中 PE 型微塑料;

T1 代表水 + 油处理,T1''为水 + 油经过无水乙醇处理,以此类推

图 7 不同处理方法下不同土壤中典型微塑料的光谱图

Fig. 7 FTIR spectra of the diverse soil involved typical microplastic by different processing method

3 讨论

3.1 不同处理方法对土壤中微塑料提取率的影响

微塑料处理方法影响微塑料的提取率^[29],本研究中,除 T1 和 T2 处理下红土中 PET 提取率为 56.60% 和 50.00% 外,在 4 种土壤中 4 种微塑料的提取率均超过 86.60%. Crichton 等^[17]采用水 + 油提取法对河流沉积物细粒的提取率达 (96.80 ± 1.16)%,比本试验提取率略高,可能是提取对象间的异质性导致微塑料的提取率存在差异. T3 处理对 PP、PS 和 PE 提取率较高,除红土中 PE 和 PP 的提

取率为 10.00% 和 56.67% 外,其他土壤中的提取率均达 86.00% 以上.李丹文等^[30]的研究中指出,饱和 NaCl 溶液能够提取 80.00% ~ 100.00% 的微塑料颗粒,与本试验的研究结果相一致.但 PET 提取率较低,平均提取率仅有 4.16%,这是由于 T3 处理中加入的饱和 NaCl 溶液密度为 1.20 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$,与 PET 的密度接近,不会使其悬浮于表面,而是缓慢地沉降于底部^[18].

T1 处理下,红土中 PET、PP 和 PE 这 3 种微塑料的提取率较低,T2 和 T3 两种处理下 PET 的提取率相比于其它土壤较低.这可能是因为红土中含有

大量的铁氧化物和铝氧化物,这些氧化物对土壤中微塑料具有一定的吸附性,而土壤中的 Fe^{3+} 和 Al^{3+} 浓度、pH 值以及溶解性有机质的含量会影响到土壤中微塑料的迁移^[31]。且红土中的有机质含量较高,是黄土的 2 倍,有机质含量的增多会减少微塑料在土壤中的吸附点位,从而增加微塑料的迁移能力,造成微塑料在表层土壤的流失^[31]。也可能红土中的微塑料在耕地摩擦、紫外线照射和雨水交错过程中更易老化,使其具有更大的降解状态,增大微塑料比表面积和表面粗糙度^[32],增强有机质与微塑料的结合,Turner 等^[33]和赵楚云等^[34]的研究也表明,在风化过程中微塑料与有机质结合,从而导致其提取率较其他土壤低。

3.2 不同处理方法对微塑料成分性质鉴定的影响

不同处理方法因所含试剂不同,对 FTIR 的背景图产生不同程度的影响,干扰对微塑料成分的鉴定^[13]。本研究中 T1 和 T2 处理土壤中的微塑料,未经无水乙醇清洗前,红外光谱图在 1 150、1 750 和 3 000 cm^{-1} 处发生异常,经无水乙醇清洗后与原样品的光谱图符合度较高。董明潭等^[16]的研究也指出,油的加入会干扰光谱图,而采用无水乙醇进行浸泡清洗具有良好的兼容性。黑土和黄土中的 PS 经 T1 和 T2 两种方法处理后,用无水乙醇清洗样品,检测得到的红外光谱图与原样品相比,出现新的峰值,这可能是 PS 中的苯环与有机污染物形成 $\pi-\pi$ 键,吸附作用增强,使油分残留在样品孔隙中,干扰对样品的判断^[35]。红土中的 PP 用无水乙醇清洗后,红外光谱图由波峰波谷界限不明显转变为界限清晰,且与原样品符合度较高,可能红土中某种物质与 PP 和无水乙醇反应,破坏了 PP 结构,使样品孔隙间的油分减少,对光谱背景图的干扰降低所致。

相对 T1 和 T2 处理,T3 处理对于后续红外光谱检测影响较小,黄土中 4 种微塑料的红外光谱图与原样品相比,在 1 150、1 750 和 3 000 cm^{-1} 处出现异常,可能是因为 FTIR 在检测过程中,微塑料样品孔隙间存在粒径较小的黄土颗粒物质,影响光谱图,有研究表明微塑料表面会附着一些土壤颗粒,微塑料的表面结构和物质变得更加复杂^[36];红土中 PP 整体峰形和峰位都与原样品相似,但峰强在 1 750 cm^{-1} 和 2 750 ~ 3 000 cm^{-1} 波段处较高,这可能是饱和 NaCl 溶液会吸附在微塑料表面,PP 分子中存在羰基和聚酯类物质^[36],红土的铁铝氧化物会附着在微塑料表面所导致。

3.3 不同土壤的微塑料检测适宜方法探讨

不同地区土壤的理化性质具有很大的差异性,土壤中不同物质组成和化学含量所占比例都会对微

塑料的提取率造成影响^[37]。本试验中,黄土中微塑料提取选用的优先处理顺序为: T2 > T1 > T3,对于高密度微塑料,用 T1 和 T2 两种处理方法来进行提取,并需优化清洗步骤,以减少 FTIR 对微塑料成分鉴定的影响。T3 处理中采用的饱和 NaCl 溶液(1.20 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)密度较 PET(1.37 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)低,而 ZnCl_2 溶液(1.70 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)和 NaI 溶液(1.80 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)的密度较高^[38],因此 ZnCl_2 和 NaI 溶液提取微塑料的效果相比饱和 NaCl 溶液较好,但考虑到推广使用,本试验所采用的这 3 种处理方法可行性更高。

黑土中有机质含量丰富,微塑料提取处理选用的优先处理顺序为: T1 > T2 > T3,对高密度微塑料的提取可行性与黄土相一致,在本试验中,黑土中 T2 处理的提取效果比 T1 处理的提取率略低,T1 处理对 4 种微塑料的提取率都达到 93.33% 以上,塑料具有疏水性和亲油性,在水 + 油的综合作用下,导致提取率较高。

紫土中的微塑料提取处理选用的处理顺序为: T1 = T2 > T3,紫土中微塑料的提取率在 T1 和 T2 处理下相一致,均大于 93.33%,提取率较高,但是 T3 处理下 PP 的提取率略低于 T1 和 T2 处理,综合选择 T1 和 T2 两种处理方法更可行。

红土所含物理化学成分特殊,适用于其它 3 种土壤的 T1 和 T2 处理方法应用到红土中,PET 的提取率仅为 50.00%,提取率较低,而 T3 处理下 PET 和 PP 的提取率都不理想,这可能与红土中含有较高的有机质及铁铝氧化物有关,因此本试验的这 3 种处理方法对红土都不适用。在后续的研究过程中,应该探讨适宜红土中各种微塑料的提取方法。

4 结论

(1)饱和 NaCl 溶液处理对 PP、PE 和 PS 的提取率为 80.00% ~ 100.00%,且对微塑料光谱图的影响较小,但对 PET 的提取率低于 13.30%,微塑料提取率随微塑料密度的增大而降低。

(2)水 + 油、饱和 NaCl 溶液 + 油处理下黑土、黄土和紫土中 4 种微塑料的提取率均大于 86.67%,使用无水乙醇清洗可减少油对 FTIR 鉴定微塑料成分的影响,但 PP 和 PE 清洗后鉴定效果仍不佳。

(3)本研究所采用的这 3 种处理方法对红土中微塑料的提取率相对于其他土壤较低,这 3 种处理方法均不适宜红土中微塑料的提取。

参考文献:

- [1] Thompson R C, Olsen Y, Mitchell R P, *et al.* Lost at Sea: where is all the plastic? [J]. *Science*, 2004, **304** (5672): 838.
- [2] Thompson R C, Moore C J, Vom Saal F S, *et al.* Plastics, the

- environment and human health: current consensus and future trends[J]. *Philosophical Transactions of the Royal Society B: Biological Sciences*, 2009, **364**(1526): 2153-2166.
- [3] Cole M, Lindeque P, Halsband C, *et al.* Microplastics as contaminants in the marine environment: a review[J]. *Marine Pollution Bulletin*, 2011, **62**(12): 2588-2597.
- [4] 袁海英, 侯磊, 梁启斌, 等. 滇池近岸水体微塑料污染与富营养化的相关性[J]. *环境科学*, 2021, **42**(7): 3166-3175.
Yuan H Y, Hou L, Liang Q B, *et al.* Correlation between microplastics pollution and eutrophication in the near shore waters of Dianchi Lake[J]. *Environmental Science*, 2021, **42**(7): 3166-3175.
- [5] Li Q L, Zeng A R, Jiang X, *et al.* Are microplastics correlated to phthalates in facility agriculture soil? [J]. *Journal of Hazardous Materials*, 2021, **421**, doi: 10.1016/j.jhazmat.2021.125164.
- [6] Scheurer M, Bigalke M. Microplastics in swiss floodplain soils [J]. *Environmental Science & Technology*, 2018, **52**(6): 3591-3598.
- [7] Rocha-santos T, Duarte A C. A critical overview of the analytical approaches to the occurrence, the fate and the behavior of microplastics in the environment[J]. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 2015, **65**: 47-53, doi: 10.1016/j.trac.2014.10.011.
- [8] 侯军华, 檀文炳, 余红, 等. 土壤环境中微塑料的污染现状及其影响研究进展[J]. *环境工程*, 2020, **38**(2): 16-27, 15.
Hou J H, Tan W B, Yu H, *et al.* Microplastics in soil ecosystem: a review on sources, fate and ecological impact[J]. *Environmental Engineering*, 2020, **38**(2): 16-27, 15.
- [9] 朱莹, 曹淼, 罗景阳, 等. 微塑料的环境影响行为及其在我国分布状况[J]. *环境科学研究*, 2019, **32**(9): 1437-1447.
Zhu Y, Cao M, Luo J Y, *et al.* Distribution and potential risks of microplastics in China: a review [J]. *Research of Environmental Sciences*, 2019, **32**(9): 1437-1447.
- [10] Huerta Lwanga E, Mendoza Vega J, Ku Quej V, *et al.* Field evidence for transfer of plastic debris along a terrestrial food chain [J]. *Scientific Reports*, 2017, **7**, doi: 10.1038/s41598-017-14588-2.
- [11] Ma L, Wang L, Jia Y Y, *et al.* Accumulation, translocation and conversion of six arsenic species in rice plants grown near a mine impacted city[J]. *Chemosphere*, 2017, **183**: 44-52, doi: 10.1016/j.chemosphere.2017.05.089.
- [12] 韩丽花, 徐笠, 李巧玲, 等. 辽河流域土壤中微(中)塑料的丰度、特征及潜在来源[J]. *环境科学*, 2021, **42**(4): 1781-1790.
Han L H, Xu L, Li Q L, *et al.* Levels, characteristics, and potential source of micro(meso)plastic pollution of soil in Liaohu River Basin[J]. *Environmental Science*, 2021, **42**(4): 1781-1790.
- [13] 赵传靓, 闫仪, 苏俊堂, 等. 水体环境中纳米塑料的危害与检测研究进展[J]. *环境工程*, 2019, **37**(12): 64-70.
Zhao C L, Yan Y, Su J T, *et al.* Research progress on the harm and detection technologies of nanoplastics in aquatic environment [J]. *Environmental Engineering*, 2019, **37**(12): 64-70.
- [14] 屈沙沙, 朱会卷, 刘锋平, 等. 双密度分离法提取化妆品中的聚乙烯微珠[J]. *卫生研究*, 2017, **46**(6): 986-990.
Qu S S, Zhu H J, Liu F P, *et al.* Isolation of polyethylene microbeads in cosmetics by double-density separation [J]. *Journal of Hygiene Research*, 2017, **46**(6): 986-990.
- [15] Wen X F, Du C Y, Xu P, *et al.* Microplastic pollution in surface sediments of urban water areas in Changsha, China: abundance, composition, surface textures [J]. *Marine Pollution Bulletin*, 2018, **136**: 414-423, doi: 10.1016/j.marpolbul.2018.09.043.
- [16] 董明潭, 罗泽娇, 邢新丽, 等. 基于油提取的土壤与沉积物中微塑料的分离方法[J]. *环境科学研究*, 2020, **33**(6): 1522-1529.
Dong M T, Luo Z J, Xing X L, *et al.* Separation of microplastics in soils and sediments with oil extraction protocol[J]. *Research of Environmental Sciences*, 2020, **33**(6): 1522-1529.
- [17] Crichton E M, Noël M, Gies E A, *et al.* A novel, density-independent and FTIR-compatible approach for the rapid extraction of microplastics from aquatic sediments[J]. *Analytical Methods*, 2017, **9**(9): 1419-1428.
- [18] 顾伟康, 杨国峰, 刘艺, 等. 环境介质中微塑料的处理与检测方法研究进展[J]. *土木与环境工程学报(中英文)*, 2020, **42**(1): 135-143.
Gu W K, Yang G F, Liu Y, *et al.* Treatment and detection methods of microplastics from environmental media: a review [J]. *Journal of Civil and Environmental Engineering*, 2020, **42**(1): 135-143.
- [19] van Cauwenberghe L, Vanreusel A, Mees J, *et al.* Microplastic pollution in deep-sea sediments [J]. *Environmental Pollution*, 2013, **182**: 495-499, doi: 10.1016/j.envpol.2013.08.013.
- [20] 刘翠英, 张津瑞, 曾涛, 等. 傅里叶变换红外光谱的土壤团聚体有机碳和全氮含量估测[J]. *光谱学与光谱分析*, 2020, **40**(12): 3818-3824.
Liu C Y, Zhang J R, Zeng T, *et al.* Determination of soil organic carbon and total nitrogen contents in aggregate fractions from fourier transform infrared spectroscopy [J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2020, **40**(12): 3818-3824.
- [21] 夏镇卿, 司雷勇, 金岩, 等. 根区增温对玉米幼苗主要代谢物傅里叶红外光谱特性及叶绿素含量的影响[J]. *光谱学与光谱分析*, 2020, **40**(4): 1283-1288.
Xia Z Q, Si L Y, Jin Y, *et al.* Effects of root zone temperature increase on fourier transform infrared spectroscopy content of main metabolites and chlorophyll in maize seedlings[J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2020, **40**(4): 1283-1288.
- [22] 张宇波, 成丽君. 基于红外光谱成像技术的环境微塑料检测研究[J]. *塑料科技*, 2020, **48**(8): 53-55.
Zhang Y B, Cheng L J. Study on microplastic detection with infrared spectral imaging system [J]. *Plastics Science and Technology*, 2020, **48**(8): 53-55.
- [23] 徐湘博, 孙明星, 张林秀, 等. 土壤微塑料污染研究进展与展望[J]. *农业资源与环境学报*, 2021, **38**(1): 1-9.
Xu X B, Sun M X, Zhang L X, *et al.* Research progress and prospect of soil microplastic pollution[J]. *Journal of Agricultural Resources and Environment*, 2021, **38**(1): 1-9.
- [24] 王昆, 林坤德, 袁东星. 环境样品中微塑料的分析方法研究进展[J]. *环境化学*, 2017, **36**(1): 27-36.
Wang K, Lin K D, Yuan D X. Research progress on the analysis of microplastics in the environment [J]. *Environmental Chemistry*, 2017, **36**(1): 27-36.
- [25] 舒良树. 普通地质学[M]. (第三版). 北京: 地质出版社, 2010. 238-239.
- [26] Liu F, Rossiter D G, Zhang G L, *et al.* A soil colour map of China[J]. *Geoderma*, 2020, **379**, doi: 10.1016/j.geoderma.2020.114556.
- [27] 晏昭敏, 袁大刚, 余星兴, 等. “紫色砂、页岩岩性特征”颜色修订建议——基于四川紫色土母岩颜色特征[J]. *土壤学*

- 报, 2020, **57**(1): 60-70.
- Yan Z M, Yuan D G, Yu X X, *et al.* Proposal on revising color definition for "L. C. of purplish sandstones and shales"—based on color characteristics of parent rock of purplish soil in Sichuan [J]. *Acta Pedologica Sinica*, 2020, **57**(1): 60-70.
- [28] 江秀明, 王鹤达, 杨登辉, 等. ATR-FTIR 快速测定食醋总酸的研究[J]. 河南工业大学学报(自然科学版), 2020, **41**(5): 69-72.
- Jiang X M, Wang H D, Yang D H, *et al.* Rapid determination of total acid in vinegar by ATR-FTIR spectroscopy[J]. *Journal of Henan University of Technology (Natural Science Edition)*, 2020, **41**(5): 69-72.
- [29] 汤庆峰, 李琴梅, 魏晓晓, 等. 环境样品中微塑料分析技术研究进展[J]. 分析测试学报, 2019, **38**(8): 1009-1019.
- Tang Q F, Li Q M, Wei X X, *et al.* Progress on research of analysis techniques for microplastics in environmental samples [J]. *Journal of Instrumental Analysis*, 2019, **38**(8): 1009-1019.
- [30] 李丹文, 林莉, 潘雄, 等. 淡水环境中微塑料采样及预处理方法研究进展[J]. 长江科学院院报, 2020, **38**(7): 14-23.
- Li D W, Lin L, Pan X, *et al.* Research progress on sampling and pretreatment methods of microplastics in fresh water environment [J]. *Journal of Yangtze River Scientific Research Institute*, 2020, **38**(7): 14-23.
- [31] 董妹楠, 夏继红, 王为木, 等. 土壤-地下水中微塑料迁移的影响因素及机制研究进展[J]. 农业工程学报, 2020, **36**(14): 1-8.
- Dong S N, Xia J H, Wang W M, *et al.* Review on impact factors and mechanisms of microplastic transport in soil and groundwater [J]. *Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering*, 2020, **36**(14): 1-8.
- [32] 徐笠, 李海霞, 韩丽花, 等. 微塑料对典型污染物吸附解吸的研究进展[J]. 中国生态农业学报(中英文), 2021, doi: 10.13930/j.cnki.cjea.200925.
- Xu L, Li H X, Han L H, *et al.* Research progress on the adsorption and desorption between microplastics and typical pollutants [J]. *Chinese Journal of Eco-Agriculture*, 2021, doi: 10.13930/j.cnki.cjea.200925.
- [33] Turner A, Holmes L A. Adsorption of trace metals by microplastic pellets in fresh water [J]. *Environmental Chemistry*, 2015, **12**(5): 600-610.
- [34] 赵楚云, 李小伟, 张鸿元, 等. 化学预处理对微塑料 Pb 吸附潜力的影响及机理研究[J]. 环境科学学报, 2019, **39**(10): 3387-3394.
- Zhao C Y, Li X W, Zhang H Y, *et al.* Effect of chemical pretreatment on adsorption of microplastics to Pb [J]. *Acta Scientiae Circumstantiae*, 2019, **39**(10): 3387-3394.
- [35] 王一飞, 李森, 于海瀛, 等. 微塑料对环境有机污染物吸附解吸的研究进展[J]. 生态毒理学报, 2019, **14**(4): 23-30.
- Wang Y F, Li M, Yu H Y, *et al.* Research progress on the adsorption and desorption between microplastics and environmental organic pollutants [J]. *Asian Journal of Ecotoxicology*, 2019, **14**(4): 23-30.
- [36] 徐舟影, 陈奥飞, 赵胤祺, 等. 武汉城市污水中微塑料的分离、鉴定及其微观特征分析[J]. 环境科学研究, 2021, **34**(3): 637-645, doi: 10.13198/j.issn.1001-6929.2020.07.17.
- Xu Z Y, Chen A F, Zhao Y Q, *et al.* Separation, identification and microscopic characteristics analysis of microplastics in wuhan municipal sewage [J]. *Research of Environmental Sciences*, 2021, **34**(4): 637-645, doi: 10.13198/j.issn.1001-6929.2020.07.17.
- [37] 柴炳文, 尹华, 魏强, 等. 电子废物拆解区微塑料与周围土壤环境之间的关系[J]. 环境科学, 2021, **42**(3): 1073-1080.
- Cai B W, Yin H, Wei Q, *et al.* Relationships between microplastic and surrounding soil in an E-Waste zone of China [J]. *Environmental Science*, 2021, **42**(3): 1073-1080.
- [38] 赵军波. 基于高光谱成像技术的环境微塑料检测的研究[D]. 大连: 大连理工大学, 2019.
- Zhao J B. Detection of environmental microplastics based on hyperspectral imaging technology [D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2019.