

Agilent 8700 Laser Direct Infrared (LDIR) ケミカルイメージングシステムによる 色付きマイクロプラスチックの分析



著者

Wesam Alwan and
Darren Robey
Agilent Technologies, Inc.

概要

保護、利便性、美しさの観点など、製造上の多様な目的を果たすために、さまざまな色のプラスチックが生産されています。ラマン顕微分光法などの分光分析技術を用いたマイクロプラスチックの分析において、染料および色素の存在は不正確な結果をもたらす可能性があります。本アプリケーションノートは、Agilent 8700 Laser Direct Infrared (LDIR) ケミカルイメージングシステムにより、色の付いたポリエチレンテレフタレート (PET) のマイクロプラスチックに対するこの課題をどのように克服できるかを実証します。8700 LDIR システムは、粒子の色によって損なわれることのない高精度なマイクロプラスチック分析を提供しました。

はじめに

広範囲に及ぶプラスチック汚染は、世界で最も差し迫った環境問題の 1 つとなっています。2022 年のあるレポートによると、地球のプラスチック廃棄物の量は 2060 年までには 3 倍近くとなり、このうち 15 % は生態系へ漏出します。¹ この汚染には、水路や食物連鎖を汚染する微粒子、マイクロプラスチックとなって現れるものもあります。

マイクロプラスチックの影響を理解するには、適切な特性解析が必要です。しかし、ラマン顕微分光法などの従来の分光分析技術では、生態系への影響を決定する際の重要なステップである、色の付いたマイクロプラスチックの高い信頼性での分類を実現できません。ラマン顕微鏡では、染料および色素がシャープなピークを生成してポリマーそのものよりも高い強度を示すため、マイクロプラスチックの正確な同定がもたらされる可能性があります。²⁻⁵ この問題を克服するには、時間をかけて測定を最適化したり、一般的な染料や色素のライブラリを作成したりすることが必要です。

本アプリケーションノートでは、Agilent 8700 Laser Direct Infrared (LDIR) ケミカルイメージングシステム (図 1) の自動化されたマイクロプラスチック分析ワークフローを使用したマイクロプラスチックの特性解析に、ポリマーに添加される着色剤 (染料および色素) が悪影響を及ぼさないことを実証します。



図 1. サンプル中の粒子の数、粒子のサイズ、化学組成を含む、マイクロプラスチックの高速ルーチン分析を可能にする Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステム

最初に、スキャンモードを用いて単一の波数 ($1,442\text{ cm}^{-1}$) でサンプル領域を高速にスキャンし、赤外線画像を生成しました。この波数は、マイクロプラスチックを高い精度で確実に検出するために選択されました (大半のプラスチックポリマーは、炭素-水素結合の存在により、この波数で吸収します)。炭素-水素結合のない稀なポリマータイプの場合、粒子検出は粒子から戻る散乱光に基づいて実行されます。この画像を利用して、領域内の粒子の位置を特定し、そのサイズと形状を求めました。各粒子の位置を特定すると、LDIR は迅速かつ自動的に各粒子のところまで移動し、完全なスペクトルを取得しました。スペクトルを、直ちにマイクロプラスチックスペクトルライブラリと

比較しました。各粒子についてスペクトルと最もよく一致するものを特定し、記録しました。今回の研究では、[Agilent Clarity ソフトウェア](#) に付属の Microplastics Starter 2.0 ライブラリを使用しました。このライブラリは定評のあるソースから作成され、マイクロプラスチックの分析に関連する広範なスペクトル (サンプルや鉱物に含まれるコアポリマーや天然物質など) が含まれています。^{6,7} マイクロプラスチックの同定を検証するために、必要に応じてアジレントの内部ライブラリを使用しました。

実験

市販の色の付いたポリエチレンテレフタレート (PET) ボトル (茶色、白色、コバルトブルーの 100 mL PET 丸ボトル、製品番号BOPBRB100、New Directions Australia 製) を本研究用に入手しました (図 2)。



図 2. 今回の研究で使用した、色の付いたポリエチレンテレフタレートのプラスチックボトル

分析用サンプルを準備するために、色の付いた各 PET ボトルの部分に、多くの工具店で入手可能な金属ヤスリをかけて微粉体に粉碎しました。粒子を無水エタノール 5 mL を含むバイアル (Scharlau ET00052500、CAS No : 64-17-5) に収集し、そのまま激しく振とうしてマイクロプラスチックの懸濁液を作成しました。マイクロプラスチックの懸濁液を 10 μ L ずつ、複数の low-e 赤外線反射スライドガラス (7.5 $\times$ 2.5 cm、MirrIR、Kevley Technologies 製、オハイオ州、米国) にピペットを使用して移しました。次に、分析前にエタノールを蒸発させるために、スライドガラスを室温で乾燥させました (約 2 日間)。

Clarity ソフトウェア内の自動粒子分析ワークフローをすべてのサンプルに使用しました。このワークフローでは、スキャン速度、掃引速度、減光など、必要な機器設定がすべて自動的に設定されます。これらの設定は変更できません。分析担当者が調整できるのは、粒子検出システムの感度、サイズ範囲、サイズ分類など、いくつかのオプションのデフォルト設定です。独自のヒットクオリティインデックス範囲を設定することもできます。ヒットクオリティは、サンプルのスペクトルが参照ライブラリのスペクトルとどの程度一致しているかを表すものです。この実験では、分類範囲 (すなわち、「高」、「中」、「低」による、スペクトル照合の品質の特性) を次のように設定しました。

- 低信頼度、0.65 ~ 0.75
- 中信頼度、0.75 ~ 0.80
- 高信頼度、0.80 ~ 0.99

この範囲外、つまり、0.65 未満のすべての粒子は「未定義」として分類しました。

この研究では、最小粒子サイズを 10 μ m に、最大粒子サイズを約 2,000 μ m に (凝集粒子をカバーするために) 設定しました。

結果と考察

色の付いた PET を高い精度で同定する LDIR の能力を判定するために、各色のサンプルを個別に評価しました。得られた結果を表 1 にまとめます。

スキャンした各領域で、150 個以上の粒子が検出されました。次に、LDIR で、色の付いた PET (茶色、白色、青色) マイクロプラスチック (> 95 %) が正確に同定されました (図 3)。これらの粒子の正しい同定に加えて、最も多くの粒子、76.6 % (茶色の PET)、89.7 % (白色の PET)、84.9 % (青色の PET) が高いヒットクオリティインデックス (高い信頼度) で同定されました。図 4 に示すように、LDIR の高倍率可視光カメラを使用すると色の付いた PET を視覚的に識別できます。LDIR では、PET ボトルに添加する着色剤 (染料および色素) が、PET から作成されたマイクロプラスチックの正確な特性解析に影響を及ぼさないことが実証されました (図 4)。

ラマン分光分析では、これらの染料の存在により蛍光バックグラウンドが高くなり、余計なピークが作成され、ラマンスペクトルを乱す可能性があります。LDIR はこのようなケースで有利といえます。図 5 に示すように、PET ポリマーの信号と比べて添加された着色剤の信号が小さいことがわかります。色の付いた PET はほぼ同じスペクトルを示し、添加された色素や染料を示す追加のピークはありません。

表 1. LDIR を使用して得られた色の付いた PET の解析結果

サンプル	スキャン領域 (mm)	粒子の総数	PET として同定された粒子	同定の品質	図
茶色の PET	19.08 $\times$ 19.71	201	193 (96.0 %)	高信頼度 : 154 (76.6 %) 中信頼度 : 23 (11.4 %) 低信頼度 : 24 (11.9 %)	3A
白色の PET	10.27 $\times$ 10.66	156	152 (97.4 %)	高信頼度 : 140 (89.7 %) 中信頼度 : 10 (6.4 %) 低信頼度 : 5 (3.2 %) 未定義 : 1 (0.6 %)	3B
青色の PET	13.24 $\times$ 18.30	319	310 (97.2 %)	高信頼度 : 271 (84.9 %) 中信頼度 : 32 (10.0 %) 低信頼度 : 15 (4.7 %) 未定義 : 1 (0.3 %)	3C

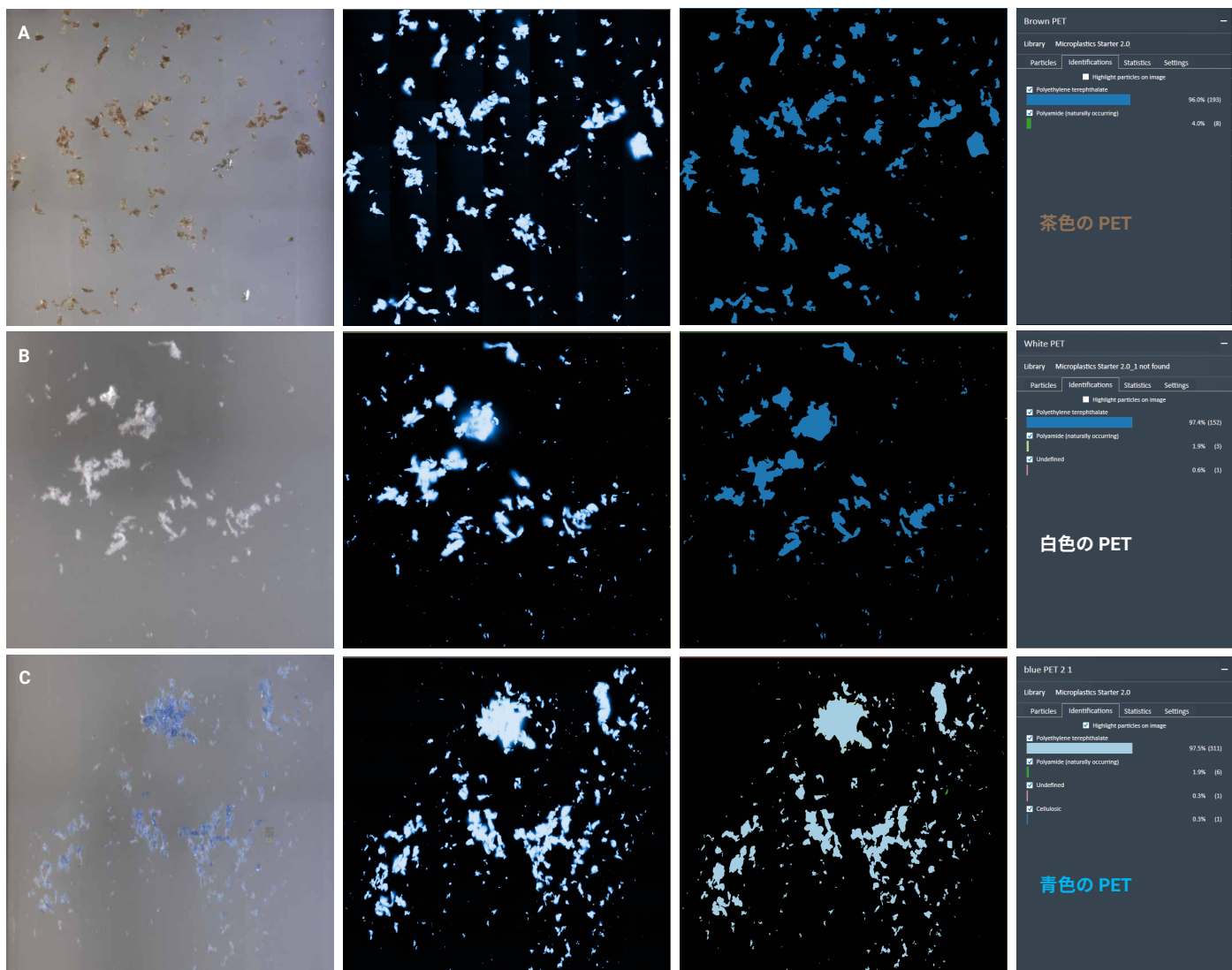


図 3. Agilent Clarity ソフトウェアを用いた、色の付いた PET マイクロプラスチックの自動化ワークフロー分析: (A) 茶色、(B) 白色、(C) 青色の PET。各色について左から右へ、選択した領域の可視画像、 $1,442\text{ cm}^{-1}$ でスキャンした赤外線画像、同定されたマイクロプラスチックの種類を基にした見つかった粒子の強調表示、同定されたマイクロプラスチックを基に生成された自動統計データ

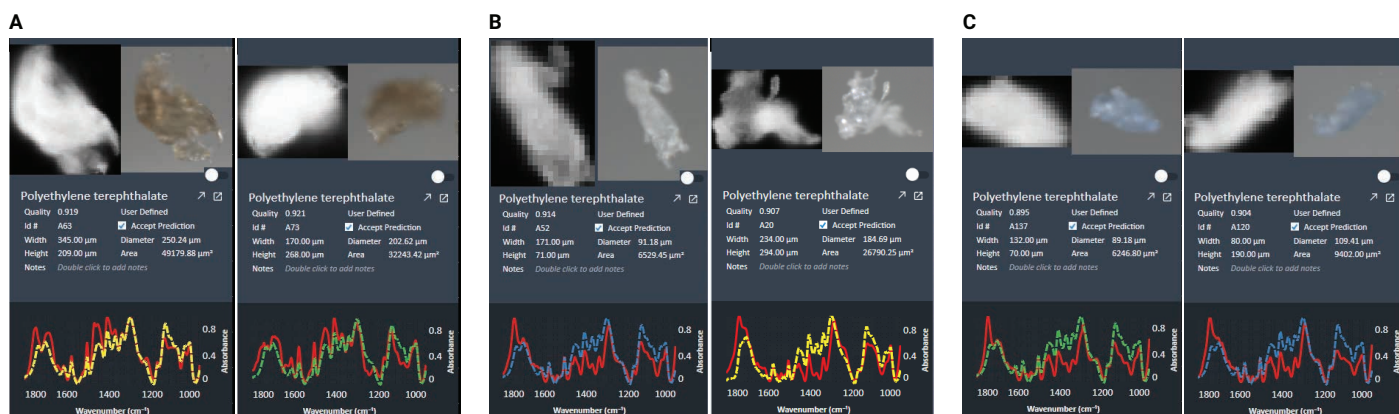


図 4. 色の付いた PET マイクロプラスチックの例: (A) 茶色、(B) 白色、(C) 青色の PET。赤外線画像、可視画像、ヒットクオリティインデックス、サイズ、スペクトル（赤色の実線）と照合されたライブラリスペクトル（破線）の重ね表示などの粒子情報

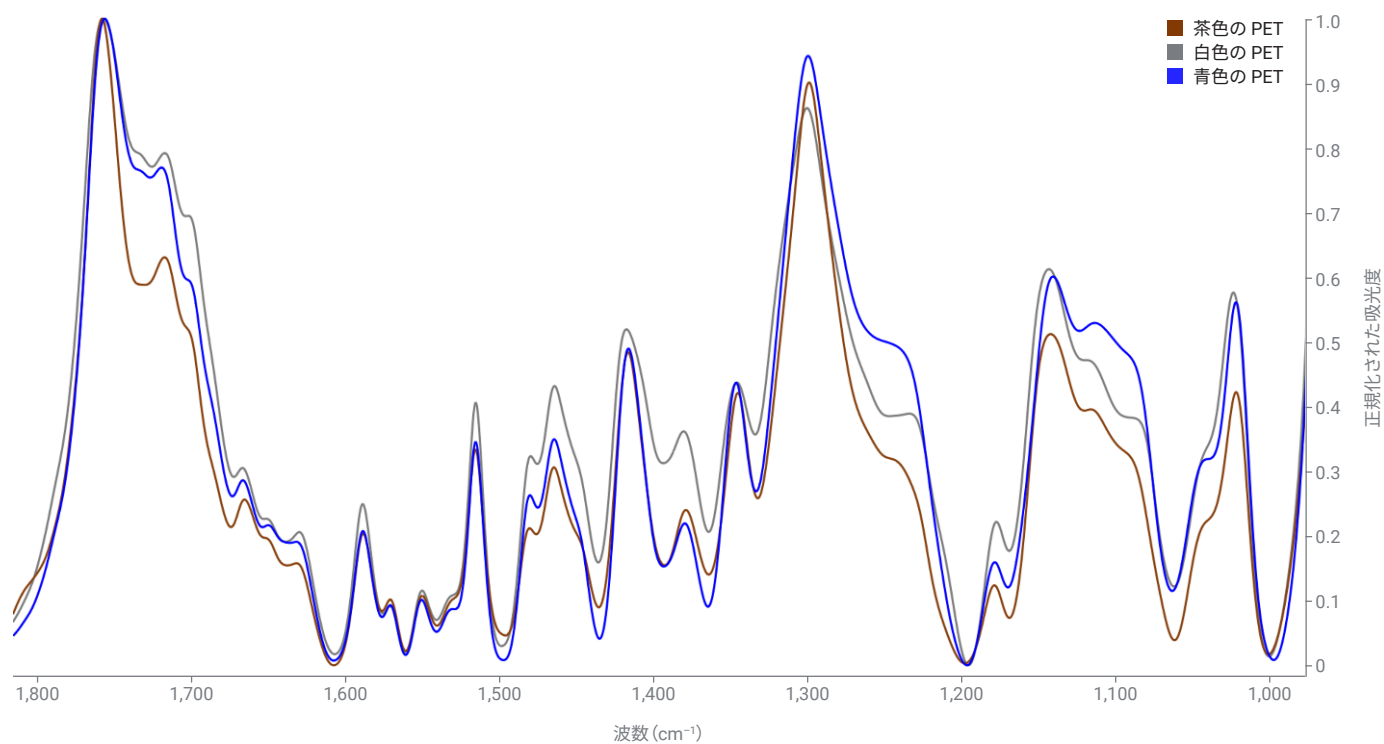


図 5. 色の付いた PET マイクロプラスチックのスペクトルの重ね表示

結論

色の付いた合成微粒子は環境中に大量に存在します。添加された色素や染料は、ラマン分光分析によるマイクロプラスチック分析に問題をもたらすことがあります（例えば、マイクロプラスチックの誤同定、メソッドの最適化、着色剤のライブラリ作成、煩雑なプロセス）。本アプリケーションノートは、色の付いた PET マイクロプラスチックを、Agilent 8700 LDIR を使用して適切に同定できることを実証しました。添加された着色剤（染料および色素）は、PET マイクロプラスチックの正確な特性解析に影響を与えませんでした。このシステムの使用により、大幅な時間削減を実現し、マイクロプラスチック分析での複雑さを低減できます。また、Agilent Clarity ソフトウェアでの完全自動化された粒子分析メソッドは、粒子サイズ、各粒子の可視画像と赤外線画像、サイズ分布、マイクロプラスチックの同定に関する情報を効率的に取得できるメソッドであることも確認できました。

詳細情報

- Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステム
- Agilent Clarity ソフトウェア
- マイクロプラスチック技術の FAQ
- 水中のマイクロプラスチック分析

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE84387617

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2023

Printed in Japan, January 13, 2023

5994-5615JAJP

参考文献

1. Organisation for Economic Co-Operation and Development. Global Plastic Waste Set to Almost Triple by 2060, says OECD. March 6, **2022**. <https://www.oecd.org/environment/global-plastic-waste-set-to-almost-triple-by-2060.htm> (accessed 2022-12-13).
2. Schymanski, D. et al. Analysis of Microplastics in Drinking Water and Other Clean Water Samples With Micro-Raman And Micro-Infrared Spectroscopy: Minimum Requirements and Best Practice Guidelines. *Anal. Bioanal. Chem.* **2021** Oct, 413(24), 5969–5994. DOI: 10.1007/s00216-021-03498-y. Epub 2021 Jul 20. PMID: 34283280; PMCID: PMC8440246.
3. Nava, V. et al. Raman Spectroscopy for the Analysis of Microplastics in Aquatic Systems. *Appl. Spectrosc.* **2021**, 75(11), 1341–1357. DOI:10.1177/00037028211043119
4. K  ppler, A. et al. Analysis of Environmental Microplastics by Vibrational Microspectroscopy: FTIR, Raman or Both? *Anal. Bioanal. Chem.* **2016** Nov, 408(29), 8377–8391. DOI: 10.1007/s00216-016-9956-3. Epub 2016 Oct 8. PMID: 27722940.
5. Lenz, R. et al. A Critical Assessment of Visual Identification of Marine Microplastic Using Raman Spectroscopy for Analysis Improvement. *Mar. Pollut. Bull.* **2015** Nov 15, 100(1), 82–91. DOI: 10.1016/j.marpolbul.2015.09.026. Epub 2015 Oct 9. PMID: 26455785
6. Primpke, S. et al. Reference Database Design for the Automated Analysis of Microplastic Samples Based on Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. *Anal. Bioanal. Chem.* **2018**, 410, 5131–5141. DOI: 10.1007/s00216-018-1156-x
7. De Frond, H.; Rubinovitz, R.; Rochman, C. M. μ ATR-FTIR Spectral Libraries of Plastic Particles (FLOPP and FLOPP-e) for the Analysis of Microplastics. *Anal. Chem.* **2021**, 93(48), 15878–15885 DOI: 10.1021/acs.analchem.1c02549