

Agilent 8700 Laser Direct Infrared(LDIR) 화학 이미징 시스템을 통한 유색 미세플라스틱 분석



저자

Wesam Alwan 및
Darren Robey
Agilent Technologies, Inc.

개요

플라스틱은 보호, 사용성 및 미관적 측면과 같은 다양한 제조 목적을 충족하기 위해 다양한 색상으로 생산됩니다. Raman 현미경과 같은 분광 기술을 사용하여 미세플라스틱을 분석할 때 염료/안료가 존재하면 부정확한 결과가 나올 수도 있습니다. 본 응용 자료에서는 **Agilent 8700 Laser Direct Infrared(LDIR) 화학 이미징 시스템**을 이용해 유색 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET) 미세플라스틱에서 발생하는 이러한 문제를 어떻게 극복할 수 있는지 설명합니다. 시스템은 입자 색상의 영향을 받지 않고 정확한 미세플라스틱 분석을 제공했습니다.

서론

광범위한 플라스틱 오염은 전 세계적으로 가장 시급한 환경 문제 중 하나가 되었습니다. 2022년 보고에 따르면 전 세계 플라스틱 폐기물의 양은 2060년까지 거의 3배 증가하고 그 중 15%는 생태계로 흘러들어갈 것으로 추정됩니다.¹ 이러한 오염의 일부는 수로와 먹이사슬을 오염시킬 수 있는 작은 입자인 미세플라스틱의 형태를 띠니다.

미세플라스틱의 영향을 이해하려면 그 특성을 적절하게 규명해야 합니다. 그러나 Raman 현미경과 같은 기존의 분광 기술은 생태학적 영향을 결정하는 핵심 단계로, 유색 미세플라스틱을 안정적으로 분류할 수 없습니다. Raman 현미경에서 염료와 안료는 폴리머 자체에 비해 날카로운 피크와 더 높은 강도를 생성할 수 있어 미세플라스틱의 식별 정확도를 떨어뜨릴 수도 있습니다.²⁻⁵ 이 문제를 극복하기 위해서는 시간이 많이 소요되는 측정 최적화와 일반적인 염료 및 안료에 대한 라이브러리 제작이 필요합니다.

이 응용 자료에서는 8700 Laser Direct Infrared(LDIR) 화학 이미징 시스템의 자동화된 미세플라스틱 분석 워크플로를 사용할 경우 폴리머에 첨가된 착색제(염료 및 안료)가 미세플라스틱 특성화에 부정적인 영향을 미치지 않음을 입증합니다(그림 1).



그림 1. Agilent 8700 LDIR 화학 이미징 시스템을 사용하면 시료에 존재하는 입자 수, 입자 크기 및 화학 성분을 포함하여 미세플라스틱을 일상적으로 빠르게 분석할 수 있습니다.

단일 파수($1,442\text{cm}^{-1}$)에서 시료 영역을 빠르게 스캔하기 위해 먼저 스캔 모드를 사용하여 적외선 이미지를 생성했습니다. 이 파수는 미세플라스틱의 정확한 검출을 보장하기 위해 선택하였습니다(대부분의 플라스틱 폴리머는 탄소-수소 결합을 가지고 있어 이 파수에서 흡수됨). 드물게 탄소-수소 결합이 없는 폴리머의 경우, 입자에서 되돌아오는 산란광을 이용해 입자를 검출합니다. 이 이미지를 사용해 영역 내 입자 위치를 파악할 뿐만 아니라 입자 크기와 모양도 설명했습니다. 일단 각 입자 위치를 파악한 후, LDIR이 자동으로 해당 위치로 빠르게 이동하여 전체 스펙트럼을

획득했습니다. 이 스펙트럼은 그 후 즉시 미세플라스틱 스펙트럼 라이브러리와 비교하였습니다. 스펙트럼에 가장 잘 일치하는 매칭을 결정하고 각 입자에 대해 보고했습니다. 이 연구에서는 **Agilent Clarity 소프트웨어**와 함께 제공되는 Microplastics Starter 2.0 라이브러리를 사용했습니다. 이 라이브러리는 잘 확립된 소스를 기반으로 하며 미세플라스틱(예: 시료와 광물에 존재하는 코어 폴리머 및 천연물질) 분석과 관련된 다양한 스펙트럼을 포함하고 있습니다.^{6,7} 미세플라스틱 식별 확인을 위해 필요에 따라 애질런트 내부 라이브러리를 사용했습니다.

실험

시판되는 유색 폴리에틸렌 테레프탈레이트 (PET) 용기(갈색, 흰색 및 코발트 블루 100mL PET 원형 용기, 제품 번호: BOPBRB100, New Directions Australia)을 이번 연구를 위해 구입했습니다(그림 2).



그림 2. 이 연구에 사용된 유색 폴리에틸렌 테레프탈레이트 소재의 플라스틱 용기.

분석을 위한 시료를 준비하기 위해 여느 철물점에서 구할 수 있는 금속 파일을 사용하여 각 유색 PET 용기의 일부를 미세한 분말로 분쇄했습니다. 입자를 5mL의 무수 에탄올(Scharlau ET00052500; CAS 번호: 64-17-5)이 들어 있는 바이알에 수집하고 추가 처리 없이 마구 흔들어 미세플라스틱 현탁액으로 만들었습니다. 미세플라스틱 현탁액을 피펫을 이용해 10μL씩 여러 개 분취하고 로우-e 적외선 반사 유리 슬라이드(7.5 x 2.5cm, MirriR, Kevley Technologies, Ohio, USA)로 옮겼습니다. 그런 다음 분석 전에 에탄올이 증발할 수 있도록 슬라이드를 실온에서 건조시킵니다(약 2분).

자동화된 입자 분석 워크플로는 Clarity 소프트웨어에 포함되어 있으며, 모든 시료에 사용되었습니다. 이 워크플로는 스캔 속도, 스위프 속도, 감쇠 등 모든 필요한 기기 설정을 자동으로 맞추어줍니다. 이 설정은 변경이 불가능합니다. 분석가는 입자 검출 시스템의 감도, 입자 범위 및 크기 분류를 포함한 여러 옵션에 대해 기본 설정을 조정할 수 있습니다. 또한 검색 결과 품질 지표 범위를 설정할 수도 있습니다. 검색 결과 품질은 시료의 스펙트럼이 얼마나 참조 라이브러리와 가깝게 일치하는지를 뜻합니다. 이 실험에서는 분류 범위(즉, 스펙트럼 일치 품질의 특성을 “높음”, “중간” 및 “낮음”으로 분류)를 다음으로 설정했습니다.

- 낮은 신뢰도 0.65 ~ 0.75
- 중간 신뢰도 0.75~0.80
- 높은 신뢰도 0.80 ~ 0.99

이 범위를 벗어나는 입자(즉, <0.65)는 모두 “정의되지 않음”으로 분류되었습니다.

본 연구에서는 최소 입자 크기를 10μm로, 최대 입자 크기를 약 2,000μm(응집된 입자까지 포괄하기 위해)로 설정했습니다.

결과 및 토의

LDIR이 유색 PET를 정확하게 식별할 수 있는지 확인하기 위해 각 색상의 시료를 개별적으로 평가했습니다. 획득한 결과를 표 1에 요약했습니다.

스캔한 각 영역에서 150개 이상의 입자가 검출되었습니다. 그런 다음 LDIR을 통해 유색 PET(갈색, 흰색 및 파란색) 미세플라스틱(>95%)을 정확하게 식별했습니다(그림 3). 이러한 입자를 정확하게 식별하는 외에도 76.6%(갈색 PET), 89.7%(흰색 PET) 및 84.9%(파란색 PET)의 고적중 품질 지수(높은 신뢰도)로 가장 많은 수의 입자를 식별했습니다. LDIR 고배율 실상 카메라는 그림 4와 같이 유색 PET를 시각적으로 구별할 때 이용했습니다. LDIR은 PET 용기에 첨가된 착색제(염료 및 안료)가 PET에서 생성된 미세플라스틱을 정확하게 특성화하는 데 영향을 미치지 않았음을 보여주었습니다(그림 4).

Raman 분광법의 경우에 이러한 안료가 있으면 형광 백그라운드를 증가시키고 추가 피크를 생성하여 Raman 스펙트럼을 방해할 수 있습니다. 그림 5에 표시된 것처럼 추가된 착색제 신호가 PET 폴리머 신호에 비해 작은 LDIR은 이러한 경우에 유리할 것입니다. 유색 PET는 추가된 안료/염료를 반영하는 추가 피크 없이 거의 유사한 스펙트럼을 나타냈습니다.

표 1. LDIR을 사용하여 얻은 유색 PET 결과.

시료	스캔 영역(mm)	총 입자 수	PET로 식별된 입자	식별 품질	그림
갈색 PET	19.08 × 19.71	201	193(96.0%)	높은 신뢰도: 154(76.6%) 중간 신뢰도: 23(11.4%) 낮은 신뢰도: 24(11.9%)	3A
흰색 PET	10.27 × 10.66	156	152(97.4%)	높은 신뢰도: 140(89.7%) 중간 신뢰도: 10(6.4%) 낮은 신뢰도: 5(3.2%) 정의되지 않음: 1(0.6%)	3B
파란색 PET	13.24 × 18.30	319	310(97.2%)	높은 신뢰도: 271(84.9%) 중간 신뢰도: 32(10.0%) 낮은 신뢰도: 15(4.7%) 정의되지 않음: 1(0.3%)	3C

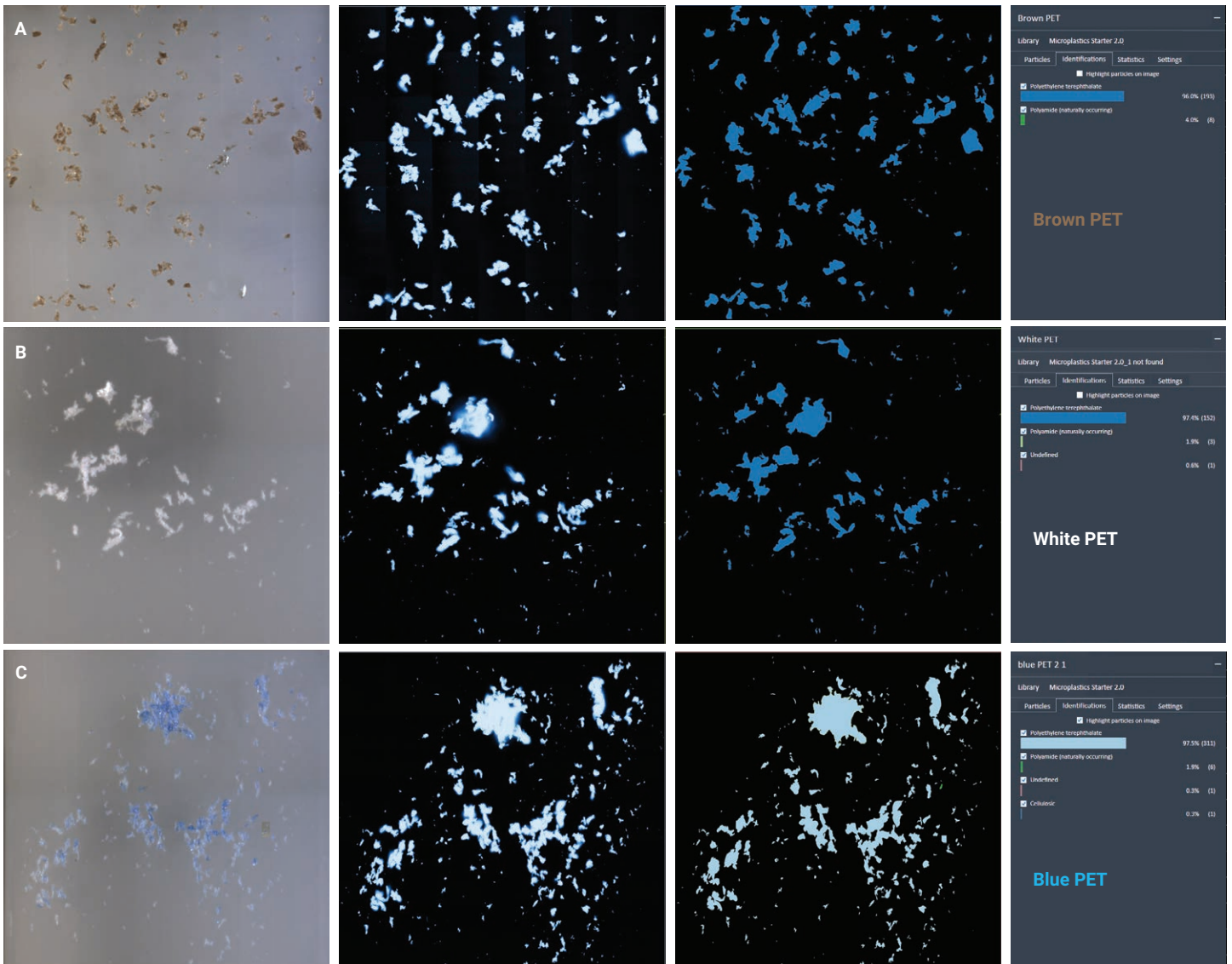


그림 3. Agilent Clarity 소프트웨어를 사용한 유색 PET 미세플라스틱의 자동화 워크플로 분석: (A) 갈색; (B) 흰색; 및 (C) 파란색 PET. 각 색상에 대해 왼쪽에서 오른쪽으로: 선택한 영역에 대해 얻은 가시 이미지; 1,442cm⁻¹에서 스캔한 적외선 이미지; 식별된 미세플라스틱 유형에 따른 발견 입자의 하이라이트; 식별된 미세플라스틱을 기초로 생성된 자동 통계 데이터.

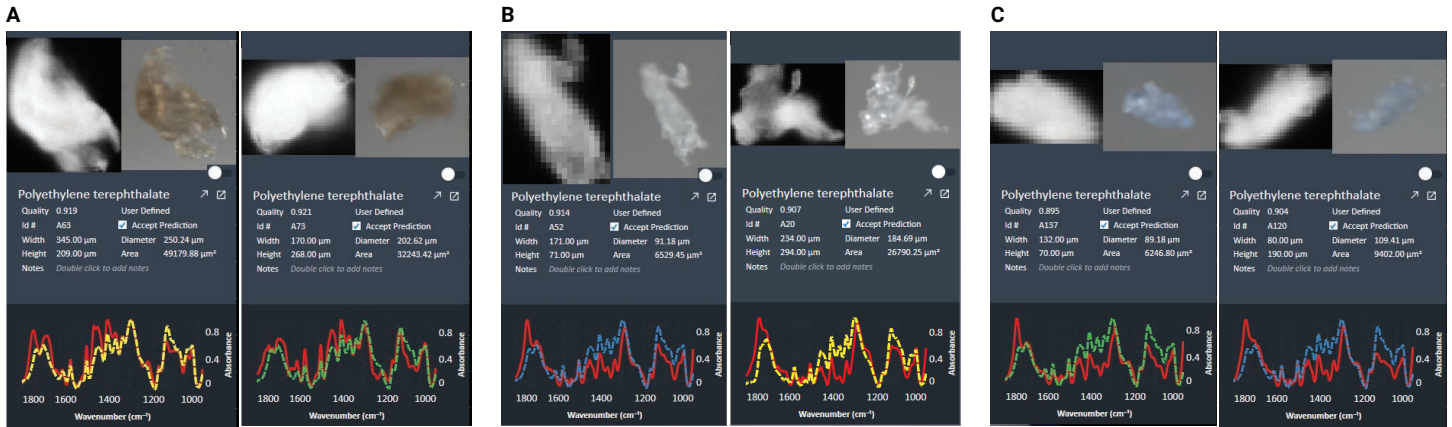


그림 4. 유색 PET 미세플라스틱의 예: (A) 갈색; (B) 흰색; 및 (C) 파란색 PET. 적외선 이미지, 가시 이미지, 적중 품질 지수, 크기, 일치하는 라이브러리 스펙트럼(점선)과 스펙트럼의 중첩(빨간색 실선) 등의 입자 정보가 표시될 수 있습니다.

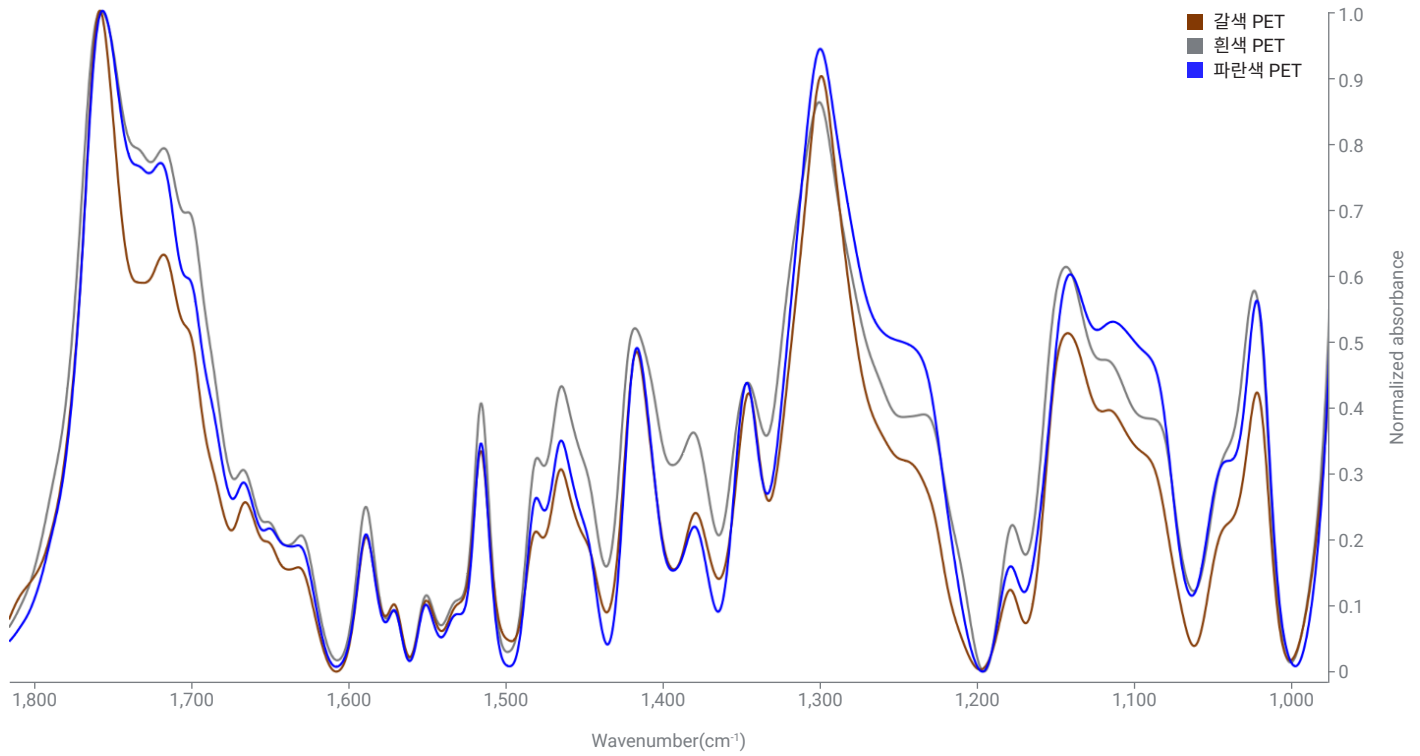


그림 5. 유색 PET 미세플라스틱 스펙트럼의 오버레이.

결론

우리의 주변 환경에는 많은 유색 합성 마이크로입자가 존재합니다. 추가된 안료/염료는 Raman 분광법을 사용한 미세플라스틱 분석에 문제를 일으킬 수도 있습니다(예: 미세플라스틱의 잘못된 식별, 분석법 최적화와 착색제 라이브러리 필요, 번거로운 프로세스). 이 응용 자료에서는 Agilent 8700 LDIR이 유색 PET 미세플라스틱을 성공적으로 식별할 수 있음을 설명했습니다. 첨가된 착색제(염료 및 안료)는 PET 미세플라스틱을 정확하게 특성화하는 데 영향을 미치지 않았습니다. 이 시스템을 이용하면 시간을 크게 절약하고 미세플라스틱 분석의 복잡성을 줄일 수 있습니다. 또한 Agilent Clarity 소프트웨어 내의 완전 자동화된 입자 분석 분석법을 이용하면 입자 크기, 각 입자에 대한 가시 및 적외선 이미지, 크기 분포 및 미세플라스틱 식별에 대한 정보를 효율적으로 얻을 수 있습니다.

추가 정보

- Agilent 8700 LDIR 화학 이미징 시스템
- Agilent Clarity 소프트웨어
- 미세플라스틱 기술 관련 FAQ
- 물 내 미세플라스틱 분석

www.agilent.com/chem/8700-ldir

DE84387617

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2023
2023년 1월 13일 한국에서 발행
5994-5615KO

한국에질런트테크놀로지스(주)
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
A+ 에셋타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com

참고문헌

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> (2022년 12월13일 접속).
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. Pimpke, 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