

Análisis de microplásticos con el sistema de adquisición de imágenes químicas con infrarrojos directos por láser (LDIR) Agilent 8700

Diferenciación precisa de los microplásticos de polietileno y el estearato de magnesio



Autores

Wesam Alwan y Darren Robey
Agilent Technologies, Inc.

Resumen

Para conocer el impacto de los microplásticos sobre el medio ambiente y las cadenas alimenticias, es imprescindible realizar una caracterización precisa y adecuada de estas partículas¹. Sin embargo, puede resultar complicado diferenciar el polietileno del estearato de magnesio (un compuesto no polimérico de uso habitual en alimentos, productos cosméticos y guantes de látex) mediante técnicas espectroscópicas. Es posible que las muestras contengan tanto microplásticos de polietileno como estearatos, y las diferencias entre los espectros de ambos a menudo son mínimas. Puede resultar difícil diferenciar las moléculas que contienen hidrocarburos de cadena larga, lo que podría dar lugar a falsos positivos durante la identificación^{2,3}. En esta nota de aplicación se expone cómo se puede resolver este problema y conseguir un análisis preciso de microplásticos mediante el sistema de adquisición de imágenes químicas con infrarrojos directos por láser (LDIR) Agilent 8700.

Introducción

La contaminación con microplásticos de los cursos de agua es un problema muy extendido que genera peligros para la vida silvestre, el agua potable y los sistemas alimenticios. Sin embargo, las técnicas espectroscópicas convencionales a menudo resultan inadecuadas para clasificar los contaminantes, un paso fundamental para determinar su impacto ecológico. A escala molecular, los microplásticos de polietileno (que proceden de diversas fuentes, como productos de higiene personal, bolsas de compra y otros objetos⁴) pueden tener un aspecto prácticamente idéntico al del estearato de magnesio, un polvo insoluble en agua que se utiliza de forma habitual como aditivo en diversos productos de uso doméstico.

En esta nota de aplicación, se utilizó el flujo de trabajo automatizado de análisis de microplásticos del software Agilent Clarity junto con el sistema de adquisición de imágenes químicas con LDIR 8700 (Figura 1). Primero, se utilizó el modo de barrido para realizar un barrido rápido de la superficie de la muestra para un solo número de onda (1.442 cm^{-1}) y obtener una imagen infrarroja. Esta imagen se usó para localizar las partículas en la superficie y describir su tamaño y forma. Una vez localizadas las distintas partículas, el sistema LDIR se desplazó de forma inmediata y automática hasta cada una de ellas y adquirió un espectro completo. Acto seguido, el espectro se comparó con una biblioteca de espectros de microplásticos. Se determinó y notificó la coincidencia más similar al espectro para cada partícula. La biblioteca se creó a partir de fuentes contrastadas e incorporó un conjunto de espectros relevante para el análisis de microplásticos (p. ej., polímeros y materiales naturales principales presentes en muestras y minerales)^{5,6}.

Experimento

Se obtuvieron muestras de microesferas de polietileno transparente (Cospheric LLC, CPMS-0,96 38-45 μm -5 g) y estearato de magnesio (MilliporeSigma, 415057-25 g, número CAS: 557-04-0) disponibles como productos comerciales para el estudio. En la Figura 2 se muestran ejemplos de cada tipo de partícula.

Cada muestra presentaba un tamaño y una forma específicos, lo que permitió diferenciarlas con facilidad entre sí y respecto a otros contaminantes, tal como se muestra en la Figura 2.

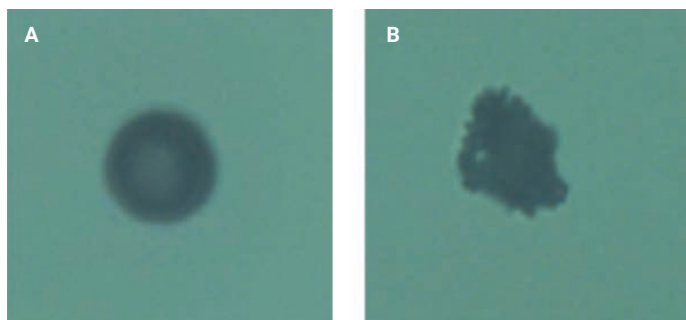


Figura 2. (A) Microesfera de polietileno transparente. (B) Estearato de magnesio. Ambas imágenes se obtuvieron con la cámara de visualización de gran aumento del sistema de adquisición de imágenes químicas con LDIR Agilent 8700.



Figura 1. El sistema de adquisición de imágenes químicas con LDIR Agilent 8700 posibilita el análisis de rutina de alta velocidad de microplásticos, incluyendo el número de partículas presentes en la muestra y su tamaño y composición química.

Para preparar las muestras para el análisis, se suspendieron unos 2 mg de ambos materiales en etanol absoluto (5 ml) y se depositaron en un portaobjetos de vidrio reflectante de infrarrojos de baja emisividad (7,5 × 2,5 cm, MirriR, Kevley Technologies). Se dejó que el etanol se evaporara a temperatura ambiente antes del análisis (durante unos 2 minutos). El flujo de trabajo automatizado de análisis de partículas incluido en el software Clarity se usó para todas las muestras. Este flujo de trabajo establece de forma automática los ajustes necesarios del instrumento, como las distintas velocidades de barrido y la atenuación. Estos ajustes no se pueden modificar. El analista puede ajustar los valores predeterminados para diversas opciones, incluida la sensibilidad del sistema de detección de partículas. Además, el analista puede especificar sus propios intervalos para el índice de calidad de la coincidencia. La calidad de la coincidencia describe la similitud del espectro de la muestra respecto al de la biblioteca de referencia. Para este experimento, se definieron los siguientes intervalos de clasificación (es decir, de caracterización de la calidad de la correspondencia espectral como alta, media o baja):

- Confianza baja: de 0,65 a 0,75.
- Confianza media: de 0,75 a 0,85.
- Confianza alta: de 0,85 a 0,99.

Todas las partículas que quedaron fuera de estos intervalos (es decir, <0,65) se clasificaron como "indefinidas".

El tamaño mínimo de partícula se estableció en 20 μm ; asimismo, se especificó un ajuste predeterminado de 500 μm para el tamaño máximo de partícula. Para realizar el análisis, se utilizó una biblioteca básica de microplásticos (incluida con el sistema LDIR).

Resultados y comentarios

Para determinar la capacidad del sistema LDIR para diferenciar el polietileno del estearato de magnesio, las muestras de polietileno y estearato de magnesio se evaluaron primero por separado y luego mezcladas.

Microesferas de polietileno

El primer paso fue evaluar los espectros obtenidos para cada muestra de microesferas de polietileno frente a la biblioteca de espectros incluida con el software Clarity. En una superficie de barrido (2,88 × 2,83 mm) que contenía 39 partículas en total, se identificaron 39 (100 %) partículas como polietileno mediante el flujo de trabajo automatizado (Figura 3). Todas las partículas se identificaron como polietileno con una confianza alta (índice de calidad de la coincidencia >0,85), tal como se muestra en la Figura 4B. El flujo de trabajo de análisis de partículas genera de forma automática un resumen estadístico del diámetro de partícula (μm) frente al recuento al final del análisis (Figura 4A). En este análisis, se observó aglomeración de las microesferas de polietileno.

Estearato de magnesio

Al igual que para las partículas de polietileno, los espectros del estearato de magnesio obtenidos con el sistema LDIR se evaluaron frente a la misma biblioteca de espectros incluida con el software Clarity. Se detectaron 242 partículas en total en una superficie de barrido de 2,88 × 2,84 mm. Todas las partículas se identificaron como estearato de magnesio: 234 (96,7 %) partículas con una confianza alta y 8 (3,3 %) partículas con una confianza media (Figuras 5 y 6).

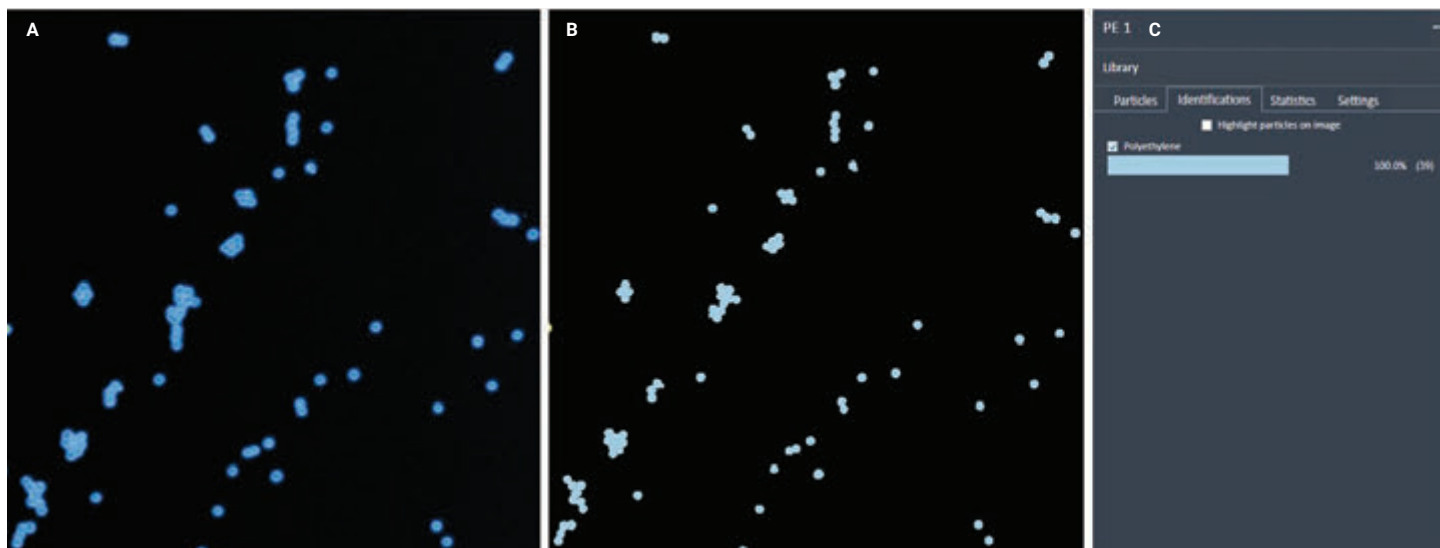


Figura 3. Análisis de microesferas de polietileno mediante un flujo de trabajo automatizado con el software Clarity. (A) Imagen infrarroja con barrido a 1.442 cm^{-1} . (B) Resaltos de las partículas que se encontraron; los colores de las partículas varían en función de la identificación del tipo de microplástico. (C) Datos estadísticos automáticos generados en función de la identificación de los microplásticos.

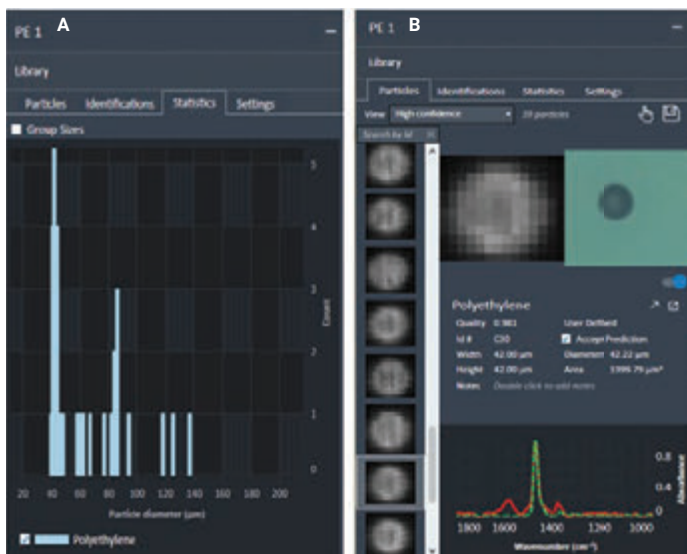


Figura 4. (A) Datos estadísticos de las partículas de microplásticos según los distintos intervalos de tamaño. (B) Ejemplo de partícula de polietileno; se puede visualizar la información de la partícula, como la imagen infrarroja, la imagen visible, el índice de calidad de la coincidencia, el tamaño y la superposición del espectro (línea roja continua) con el espectro coincidente de la biblioteca (línea verde discontinua).

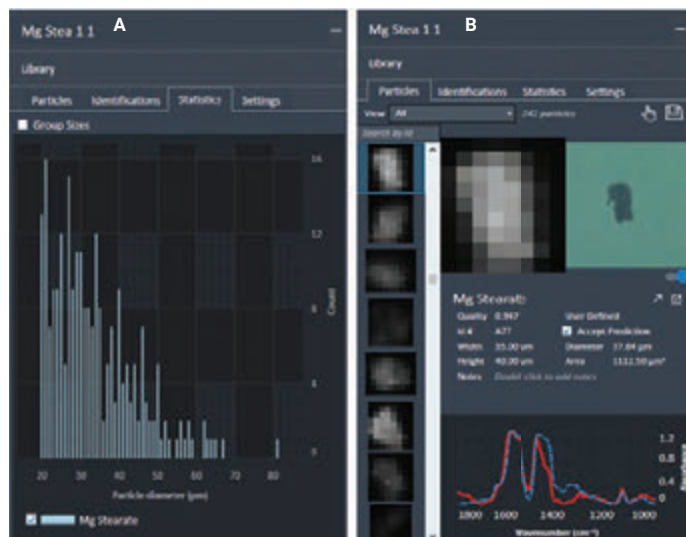


Figura 5. (A) Datos estadísticos de las partículas de microplásticos según los distintos intervalos de tamaño. (B) Ejemplo de partícula de estearato de magnesio; se puede visualizar la información de la partícula, como la imagen infrarroja, la imagen visible, el índice de calidad de la coincidencia, el tamaño y la superposición del espectro (línea roja continua) con el espectro coincidente de la biblioteca (línea azul discontinua).

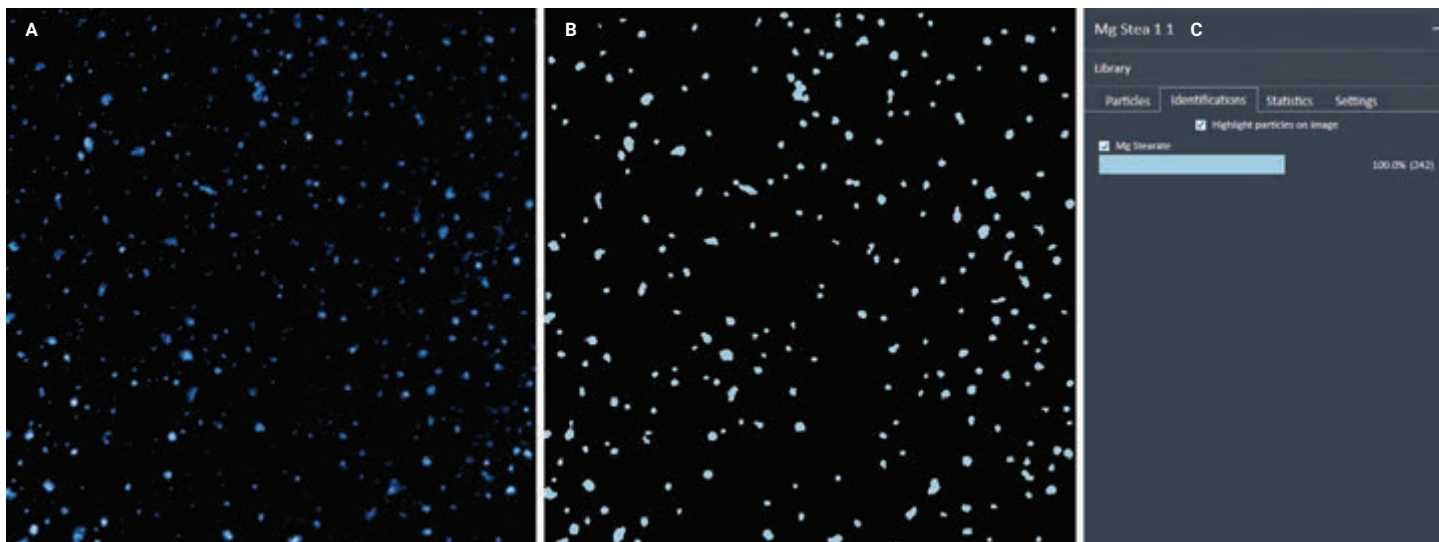


Figura 6. Análisis de estearato de magnesio mediante un flujo de trabajo automatizado con el software Clarity. (A) Imagen infrarroja con barrido a 1.442 cm^{-1} . (B) Resaltos de las partículas encontradas: los colores de las partículas varían en función de la identificación del tipo de microplástico. (C) Datos estadísticos automáticos generados en función de la identificación de los microplásticos.

Muestra mezclada

Como paso final del proceso para evaluar la capacidad del sistema LDIR para diferenciar el polietileno y el estearato de magnesio, se analizó una muestra mezclada de ambos materiales mediante el flujo de trabajo automatizado. La cámara de gran aumento integrada permitió distinguir con facilidad cada tipo de partícula de forma visual, lo que permitió verificar los resultados generados por el sistema, tal como se muestra en las Figuras 4B y 5B. Se realizó un barrido de una superficie de esta muestra (4,66 × 5,58 mm), en la que se detectaron 346 partículas. De estas partículas, 200 (57,8 %) se clasificaron como estearato de magnesio y 146 (42,2 %), como polietileno (Figura 7).

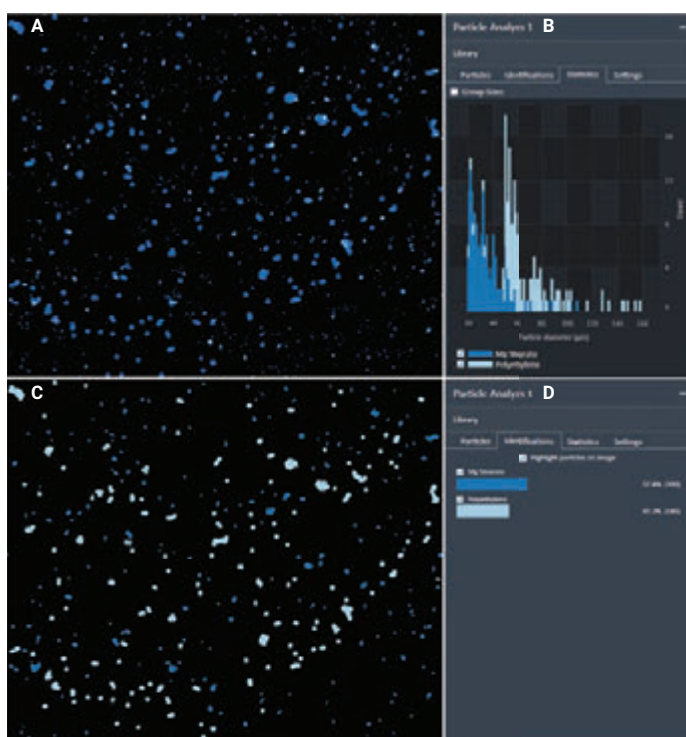


Figura 7. Análisis de una muestra mezclada (estearato de magnesio y polietileno) mediante un flujo de trabajo automatizado. (A) Imagen infrarroja con barrido a 1.442 cm^{-1} . (B) Datos estadísticos de las partículas de microplásticos según los distintos intervalos de tamaño. (C) Resaltos de las partículas que se encontraron; los colores de las partículas varían en función de la identificación del tipo de microplástico. (D) Datos estadísticos automáticos generados a partir de la identificación de los microplásticos.

Tras la verificación visual completa (es decir, la evaluación manual de las 346 partículas), se constató lo siguiente:

1. Se formaron aglomerados de estearato de magnesio y polietileno que se identificaron como estearato de magnesio. Esto se produjo debido a que el funcionamiento del sistema LDIR se basa en la adquisición de un espectro para un único punto, que es el punto de absorbancia máxima (estearato de magnesio) del aglomerado.
2. Aparte de los aglomerados, no se identificaron visualmente otras partículas de estearato de magnesio o polietileno que se hubieran clasificado de forma incorrecta; es decir, no existieron falsos negativos.

La región espectral típica de interés del polietileno es la de flexión del enlace C-H entre 1.480 y 1.440 cm^{-1} . Esta banda de absorbancia se observó tanto para el polietileno como para el estearato de magnesio. Sin embargo, el estearato de magnesio presenta otra señal intensa característica en la región comprendida entre 1.500 y 1.660 cm^{-1} (Figura 8). Dado que el software Clarity utiliza un tratamiento espectral basado en la primera derivada como algoritmo de correspondencia, la banda de absorbancia entre 1.500 y 1.600 cm^{-1} contribuyó a la identificación precisa del estearato de magnesio y a su diferenciación clara respecto al polietileno.

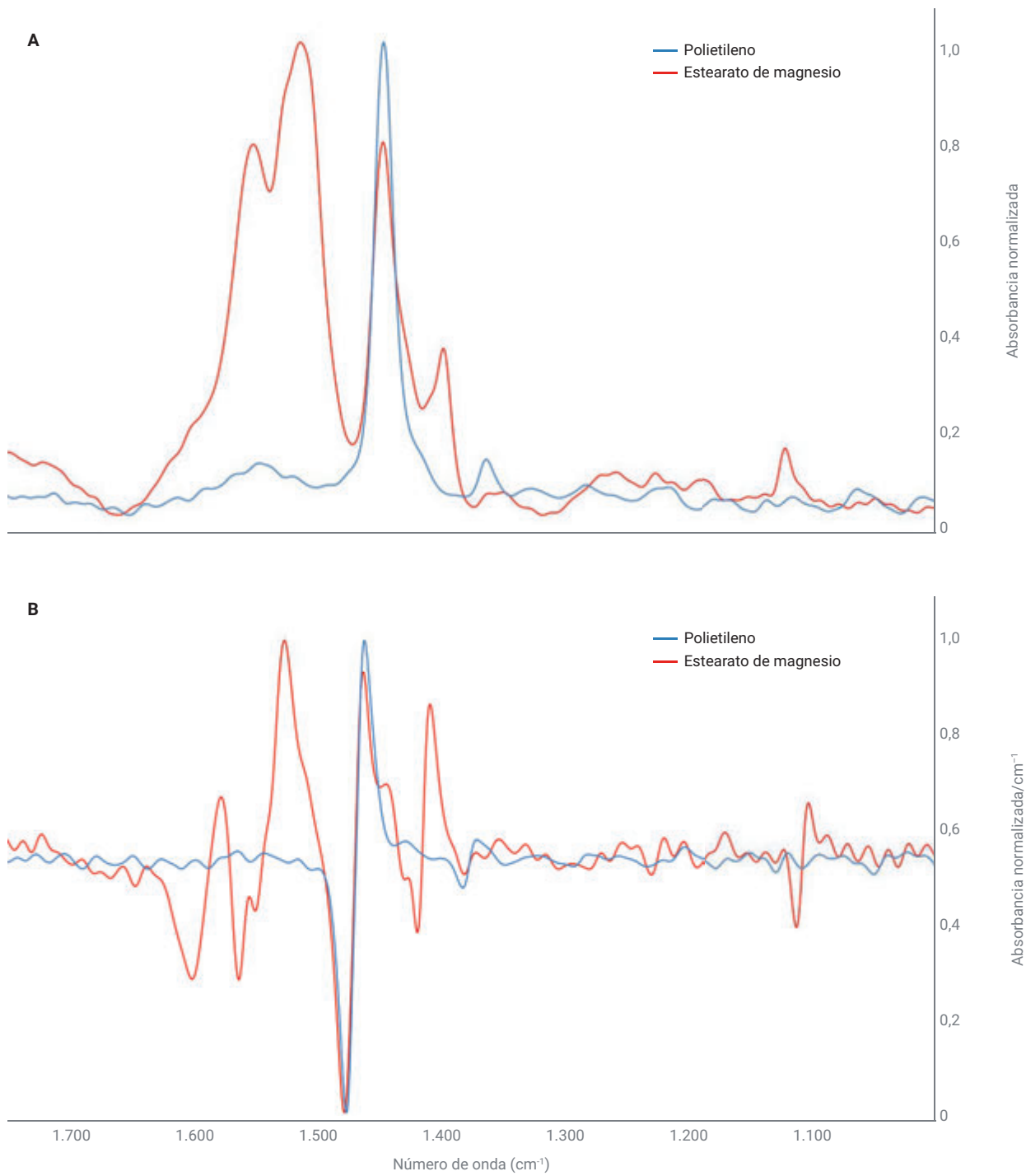


Figura 8. Superposición de los espectros de polietileno (azul) y estearato de magnesio (rojo). (A) Absorbancia normalizada. (B) Primera derivada.

Conclusión

En el medio ambiente existen numerosas micropartículas sintéticas y naturales. Los resultados obtenidos en laboratorio pueden ser confusos, ya que los materiales no poliméricos pueden actuar como una posible fuente de contaminación. En esta nota de aplicación se demuestra que el sistema LDIR Agilent 8700 puede clasificar y diferenciar correctamente el estearato de magnesio y el polietileno en una muestra compuesta por una mezcla de ambos. Las capacidades del hardware y el software del sistema LDIR evitaron la interpretación incorrecta del estearato de magnesio y el polietileno en el flujo de trabajo automatizado de análisis de partículas. El método de análisis de partículas completamente automatizado con el software Agilent Clarity es también una forma eficaz para que los usuarios puedan obtener información sobre el tamaño de las partículas, su distribución y la identificación de microplásticos.

Referencias

1. Lim, X. Microplastics Are Everywhere — But Are They Harmful? *Nature* **2021**, *593* (7857), 22-25. DOI: 10.1038/d41586-021-01143-3. PMID: 33947993.
2. Witzig, C. S. *et al.* When Good Intentions Go Bad— False Positive Microplastic Detection Caused by Disposable Gloves. *Environ. Sci. Technol.* **2020**, *54* (19), 12164-12172. DOI: 10.1021/acs.est.0c03742. Epub 2020 Sep 17. PMID: 32882126.
3. 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**, *413* (24), 5969-5994. DOI: 10.1007/s00216-021-03498-y. Epub 2021 Jul 20. PMID: 34283280; PMCID: PMC8440246.
4. Landeros Gonzalez, G. *et al.* A Review of the Origins of Microplastics Arriving at Wastewater Treatment Plants. *Detritus* **2022**, *20*, 41-55. DOI: 10.31025/2611-4135/2022.15224.
5. 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. <https://doi.org/10.1007/s00216-018-1156-x>
6. 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

www.agilent.com

DE13478359

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2022
Impreso en EE. UU., 1 de diciembre de 2022
5994-5466ES