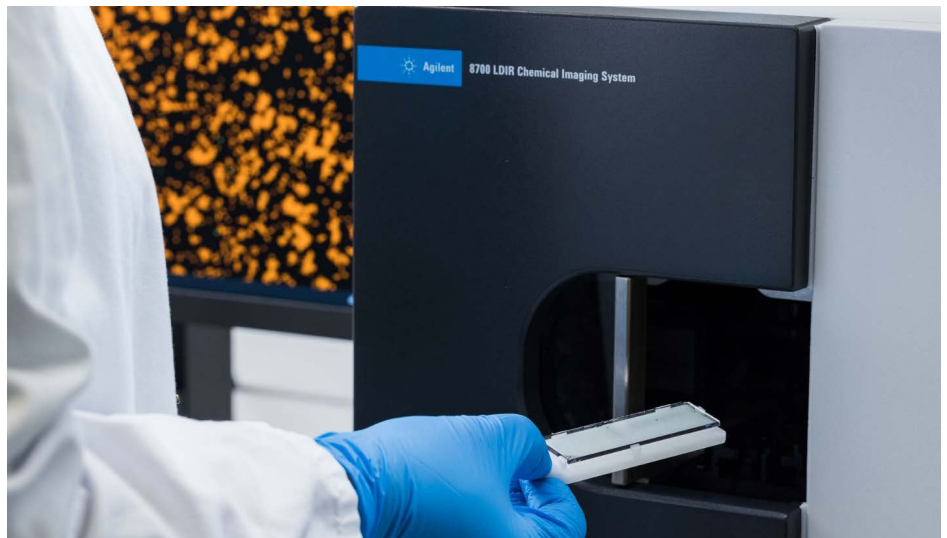


## Agilent 8700 Laser Direct Infrared(LDIR) 화학 이미징 시스템을 사용한 미세플라스틱 분석

폴리에틸렌 미세플라스틱과 스테아르산 마그네슘을 정확히 구분하기



### 저자

Wesam Alwan &  
Darren Robey  
Agilent Technologies, Inc.

### 개요

미세플라스틱이 환경과 먹이 사슬에 미치는 영향을 이해하려면 정확하고 적절한 미세플라스틱 입자 특성 규명이 필요합니다.<sup>1</sup> 그러나 분광 기술을 사용해 식품, 화장품, 라텍스 장갑 등에 일반적으로 사용되는 비중합체 화합물인 폴리에틸렌과 스테아르산 마그네슘을 구분하는 것은 어려운 일일 수 있습니다. 시료에는 폴리에틸렌 미세플라스틱과 스테아르산이 모두 포함되어 있을 수 있으며, 이들은 스펙트럼에서 약간의 차이만을 보이는 경우가 많습니다. 긴 사슬 탄화수소를 포함한 분자 간 식별은 어려울 수 있으며, 이는 잠재적으로 위양성 식별 결과를 낳을 수 있습니다.<sup>2,3</sup> 이 응용 자료에서는 Agilent 8700 Laser Direct Infrared(LDIR) 화학적 이미징 시스템이 어떻게 이 어려움을 극복하고 정확한 미세플라스틱 분석을 수행할 수 있는지 보여줍니다.

## 서론

수로의 미세플라스틱 오염은 보편적으로 나타나는 문제로, 야생 생태계, 먹는물, 식품 시스템에 악영향을 끼칩니다. 그러나 미세플라스틱의 생태적 영향을 연구할 때 핵심적인 단계라 할 수 있는 오염물질 분류 시 기존의 분광 기술이 적절하지 않은 경우가 많습니다. 개인위생용품, 쇼핑백, 여타 상품 등 다양한 곳에서 유래하는<sup>4</sup> 폴리에틸렌 미세플라스틱은 다양한 가정용 제품에 첨가제로 널리 사용되는 스테아르산 마그네슘과 분자 단위에서 거의 동일하게 보일 수 있습니다.

이 응용 자료에서는 8700 LDIR 화학적 이미징 시스템과 Agilent Clarity 소프트웨어 내의 자동화된 미세플라스틱 분석 워크플로를 사용하였습니다(그림 1). 단일 파수( $1,442\text{cm}^{-1}$ )에서 시료 영역을 빠르게 스캔하기 위해 먼저 스캔 모드를 사용하여 적외선 이미지를 생성했습니다. 이 이미지를 사용해 영역 내 입자 위치를 파악하고 입자 크기와 모양을 설명했습니다. 일단 각 입자 위치를 파악한 후, LDIR이 자동으로 해당 위치로 빠르게 이동하여 전체 스펙트럼을 획득했습니다. 이 스펙트럼은 그 후 즉시 미세플라스틱 스펙트럼 라이브러리와 비교되었습니다. 스펙트럼에 가장 잘 맞는 매칭을 결정하고 각 입자에 대해 보고했습니다. 라이브러리는 적합한 출처로부터 만들어졌으며, 미세플라스틱 분석과 관련된 다양한 스펙트럼을 포함하고 있습니다(예: 시료와 미네랄에 존재하는 코어 폴리머 및 천연 재료).<sup>5,6</sup>

## 실험

이 연구에서는 시판 중인 투명 폴리에틸렌 마이크로스피어 (Cospheric LLC, CPMS-0.96 38-45  $\mu\text{m}$ -5g)와 스테아르산 마그네슘(MilliporeSigma, 415057-25g, CAS 번호: 557-04-0) 시료를 사용했습니다. 각 입자 유형의 예는 그림 2에 나타나 있습니다.

그림 2에 나타난 바와 같이 각 시료는 고유의 모양과 크기를 가지고 있었으므로, 두 시료 간 구별 및 기타 오염물과의 구별은 쉬웠습니다.

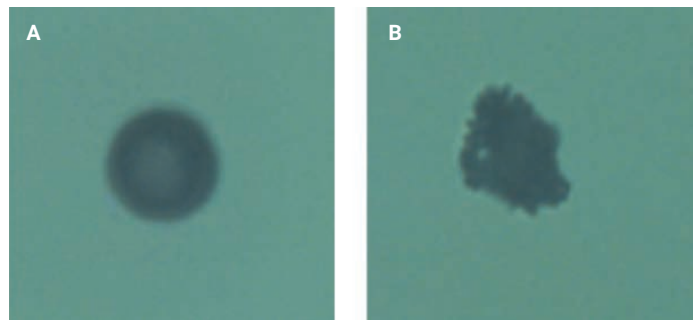


그림 2. (A) 투명 폴리에틸렌 마이크로스피어. (B) 스테아르산 마그네슘. 두 이미지는 모두 Agilent 8700 LDIR 화학 이미징 시스템의 고배율 시각 카메라를 사용해 얻었습니다.



그림 1. Agilent 8700 LDIR 화학 이미징 시스템은 시료 내 입자 수, 크기, 화학적 조성 등에 대한 미세플라스틱의 고속 일상 분석을 가능케 합니다.

분석 전 시료 전처리를 위해 약 2mg의 두 물질을 무수 에탄올 (5mL)에서 현탁액 상태로 만들고, low-e 적외선 반사 유리 슬라이드(7.5 × 2.5cm, MirriR, Kevley Technologies)에 증착시켰습니다. 에탄올은 실온에서 분석 전에 증발시켰습니다 (대략 2분 동안). 자동화된 입자 분석 워크플로는 Clarity 소프트웨어에 포함되어 있으며, 모든 시료에 사용되었습니다. 이 워크플로는 스캔 속도, 스윙 속도, 감쇠 등 모든 필요한 기기 설정을 자동으로 맞추어줍니다. 이 설정은 변경이 불가능합니다. 분석가는 입자 검출 시스템의 감도를 포함한 여러 옵션에 대해 기본 설정을 조절할 수는 있습니다. 또한 검색 결과 품질 지표 범위를 설정할 수도 있습니다. 검색 결과 품질은 시료의 스펙트럼이 얼마나 참조 라이브러리와 가깝게 일치하는지를 뜻합니다. 이 실험에서의 분류 범위(예: 스펙트럼 일치 결과 품질의 특성 규명을 높음, 중간, 낮음으로 분류):

- 낮은 신뢰도 0.65~0.75
- 중간 신뢰도 0.75~0.85
- 높은 신뢰도 0.85~0.99.

이 범위를 벗어나는 모든 입자(예: <0.65)는 “정의되지 않음”으로 분류되었습니다.

기본으로 설정된 최소 입자 크기는 20µm, 최대 입자 크기는 500µm였습니다. 분석 수행에는 미세플라스틱 스타터 라이브러리 (LDIR과 함께 제공)를 사용했습니다.

## 결과 및 토의

폴리에틸렌과 스테아르산 마그네슘을 구별하는 LDIR의 성능을 파악하기 위해, 폴리에틸렌과 스테아르산 마그네슘 시료를 우선 각각 분석한 뒤 혼합물을 분석했습니다.

### 폴리에틸렌 마이크로스피어

첫 번째 단계는 각 폴리에틸렌 마이크로스피어 시료에서 얻은 스펙트럼을 Clarity 소프트웨어에서 제공되는 스펙트럼 라이브러리와 비교하는 것이었습니다. 스캔 영역(2.88 x 2.83mm)에는 총 39개 입자가 포함되어 있었으며, 자동화된 워크플로를 사용해 39개 입자가 모두 폴리에틸렌으로 식별(100%)되었습니다 (그림 3). 모든 입자는 그림 4B에서 볼 수 있듯이, 높은 신뢰도 (검색 결과 품질 지수 >0.85)로 폴리에틸렌이라는 식별 결과를 나타냈습니다. 입자 분석 워크플로는 분석 마지막 단계에서 입자 직경(µm) 대비 카운트에 대한 통계적 개요를 자동으로 생성했습니다(그림 4A). 이 분석에서는 폴리에틸렌 마이크로스피어의 응집이 관찰되었습니다.

### 스테아르산 마그네슘

폴리에틸렌 입자와 같은 방식으로, LDIR을 사용해 얻은 스테아르산 마그네슘 스펙트럼을 Clarity 소프트웨어에서 제공되는 동일 스펙트럼 라이브러리와 비교하였습니다. 면적 2.88 × 2.84mm의 스캔 영역에서 총 242개의 입자가 검출되었습니다. 모든 입자는 스테아르산 마그네슘으로 식별되었으며, 234개 입자(96.7%)는 높은 신뢰도, 8개 입자(3.3%)는 중간 신뢰도를 보였습니다(그림 5 및 6).

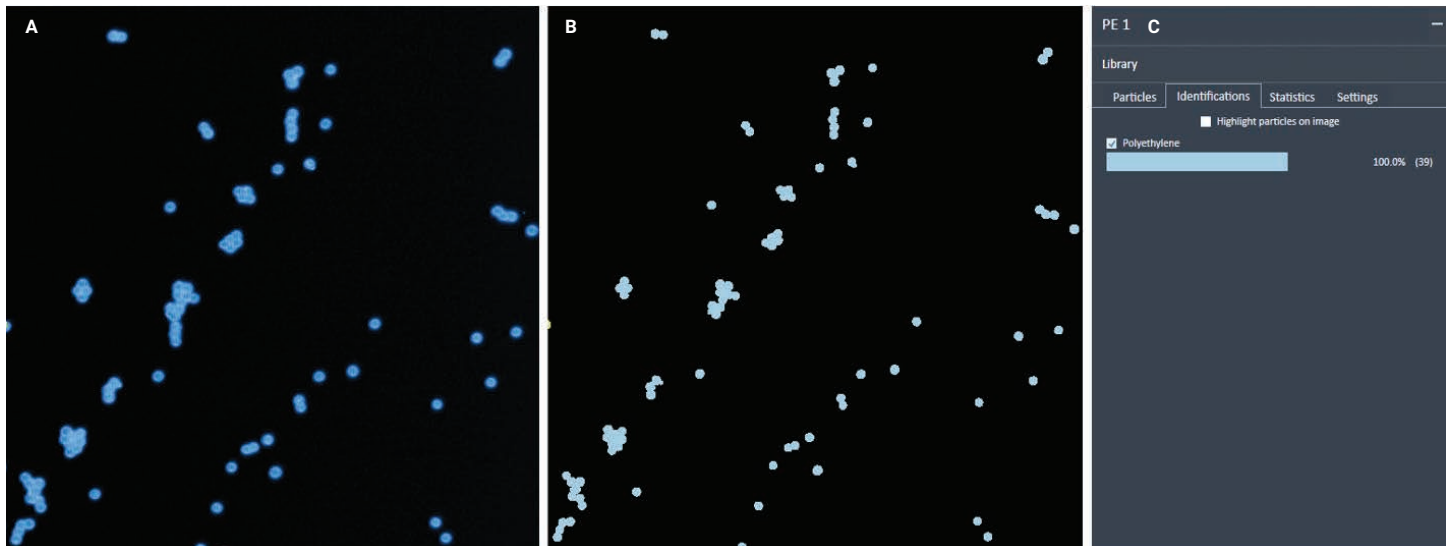


그림 3. Clarity 소프트웨어를 사용한 폴리에틸렌 마이크로스피어 자동화 워크플로 분석. (A) 1,442cm<sup>-1</sup>에서 스캔된 적외선 이미지. (B) 발견된 입자의 하이라이트: 입자는 식별된 미세플라스틱 유형에 따라 색상이 지정됩니다. (C) 미세플라스틱 식별을 기반으로 생성된 자동 통계 데이터.

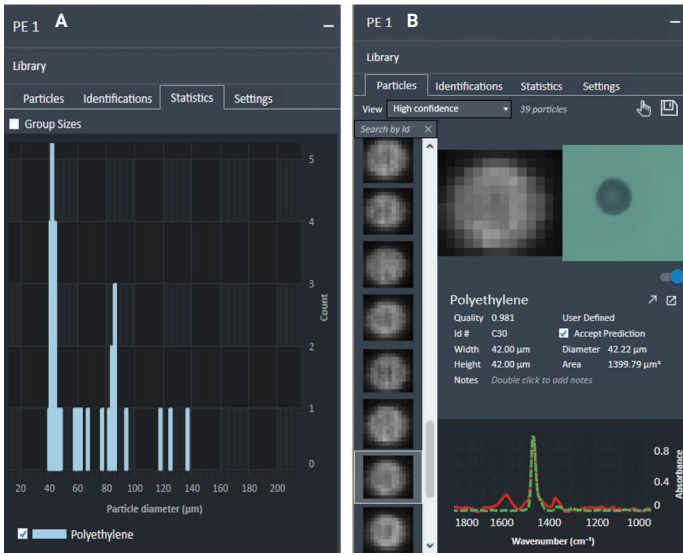


그림 4. (A) 다양한 크기 범위를 기반으로 한 미세플라스틱 입자의 통계 데이터. (B) 폴리에틸렌 입자 예: 적외선 이미지, 시각적 이미지, 검색 결과 품질 지수, 크기, 스펙트럼 오버랩(빨간색 실선) 및 일치하는 라이브러리 스펙트럼(녹색 점선) 등의 입자 정보가 표시될 수 있습니다.

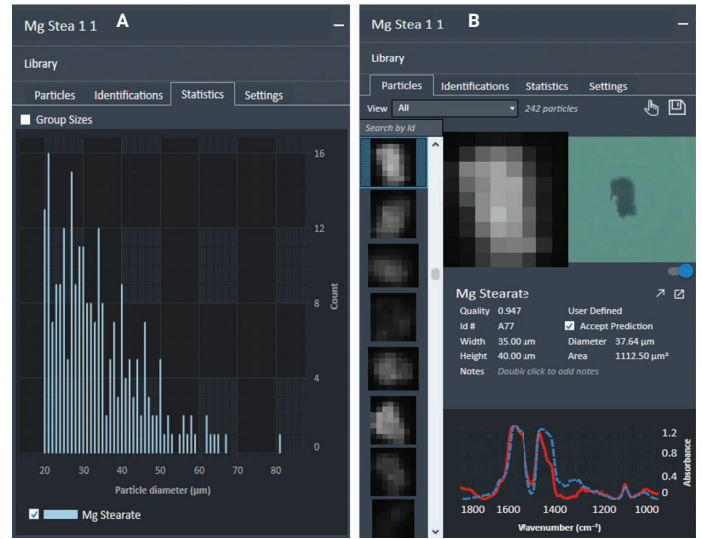


그림 5. (A) 다양한 크기 범위를 기반으로 한 미세플라스틱 입자의 통계 데이터. (B) 스테아르산 마그네슘 입자 예: 적외선 이미지, 시각적 이미지, 검색 결과 품질 인덱스, 크기, 스펙트럼 오버랩(빨간색 실선) 및 일치하는 라이브러리 스펙트럼(파란색 점선) 등의 입자 정보가 표시될 수 있습니다.

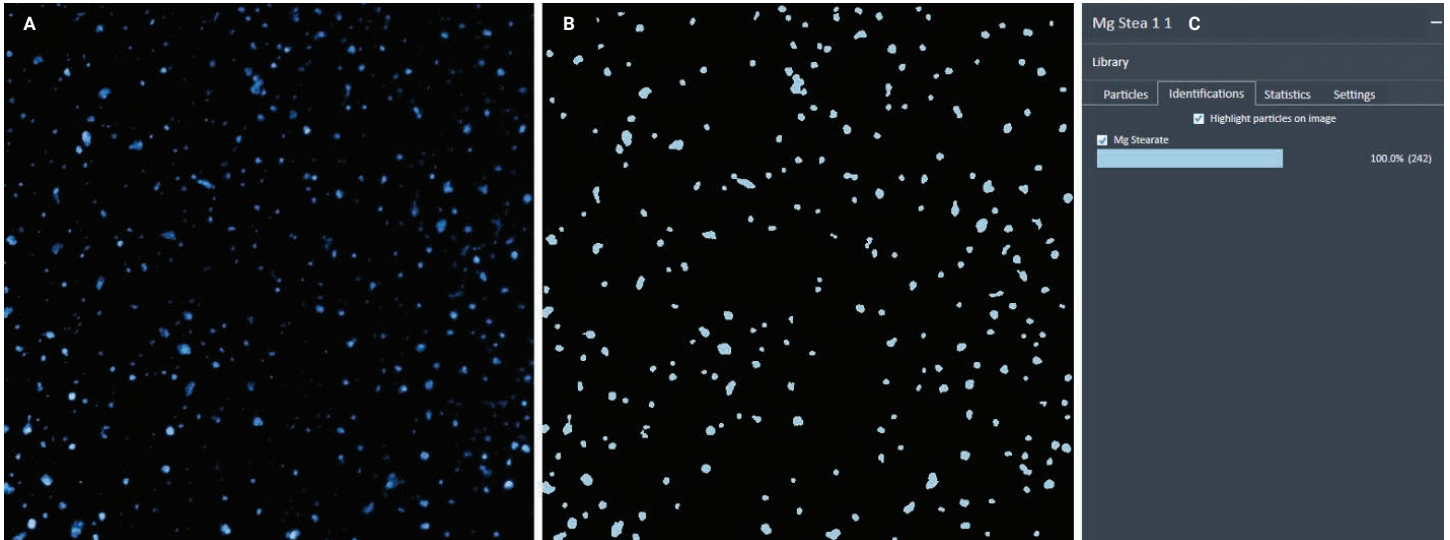


그림 6. Clarity 소프트웨어를 사용한 스테아르산 마그네슘 자동화 워크플로 분석. (A) 1,442cm<sup>-1</sup>에서 스캔된 적외선 이미지. (B) 발견된 입자의 하이라이트: 입자는 식별된 미세플라스틱 유형에 따라 색상이 지정됩니다. (C) 미세플라스틱 식별을 기반으로 생성된 자동 통계 데이터.

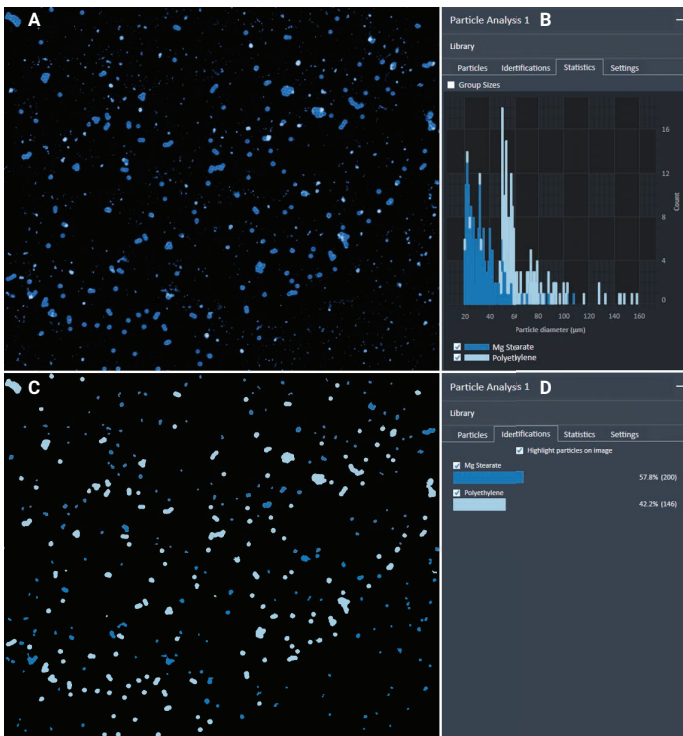
## 혼합 시료

폴리에틸렌과 스테아르산 마그네슘을 구별하는 LDIR의 성능을 평가하기 위한 절차의 마지막 단계로서, 두 물질의 혼합 시료를 자동화된 워크플로로 분석하였습니다. 각 시료는 내장된 높은 배율의 카메라를 사용해 육안으로 쉽게 구별되었으며, 이는 그림 4B와 5B에 나타난 바와 같이 시스템 생성 결과의 검증이 가능케 하였습니다. 시료의 한 영역(4.66 x 5.58mm)이 스캔되었으며, 여기에서 346개의 입자가 검출되었습니다. 이 입자들 중 200개(57.8%)가 스테아르산 마그네슘으로, 146개(42.2%)는 폴리에틸렌으로 분류되었습니다(그림 7).

이후 전체 시각 검증(346개 입자에 대한 수동 검증)을 수행했으며 다음과 같은 사실을 알 수 있었습니다.

1. 스테아르산 마그네슘과 폴리에틸렌의 응집체는 스테아르산 마그네슘으로 식별되었습니다. 이는 LDIR이 응집체 내 가장 높은 흡광 지점(스테아르산 마그네슘)으로부터 수집한 단일 지점 스펙트럼에 의존하기 때문인 것으로 보입니다.
2. 응집체 외에 잘못 분류된 스테아르산 마그네슘이나 폴리에틸렌 입자는 없었습니다. 위음성 결과도 없었습니다.

일반적인 폴리에틸렌 관심 스펙트럼 영역은  $1,480\sim 1,440\text{cm}^{-1}$ 의 C-H 결합 지점입니다. 폴리에틸렌과 스테아르산 마그네슘은 모두 이 흡광 밴드를 나타냈습니다. 그러나 스테아르산 마그네슘은  $1,500\sim 1,660\text{cm}^{-1}$  영역에서 또 다른 강한 신호를 특성적으로 나타냈습니다(그림 8). Clarity 소프트웨어가 일치 알고리즘으로서 1차 미분 스펙트럼 처리를 사용하므로,  $1,500\sim 1,660\text{cm}^{-1}$ 에서의 흡광도는 스테아르산 마그네슘의 정확한 식별 및 폴리에틸렌과의 명확한 구별에 도움이 되었습니다.



**그림 7.** 혼합 시료(스테아르산 마그네슘과 폴리에틸렌) 자동화 워크플로 분석. (A)  $1,442\text{cm}^{-1}$ 에서 스캔된 적외선 이미지. (B) 다양한 크기 범위를 기반으로 한 미세플라스틱 입자의 통계 데이터. (C) 발견된 입자의 하이라이트: 입자는 식별된 미세플라스틱 유형에 따라 색상이 지정됩니다. (D) 미세플라스틱 식별을 기반으로 생성된 자동 통계 데이터.

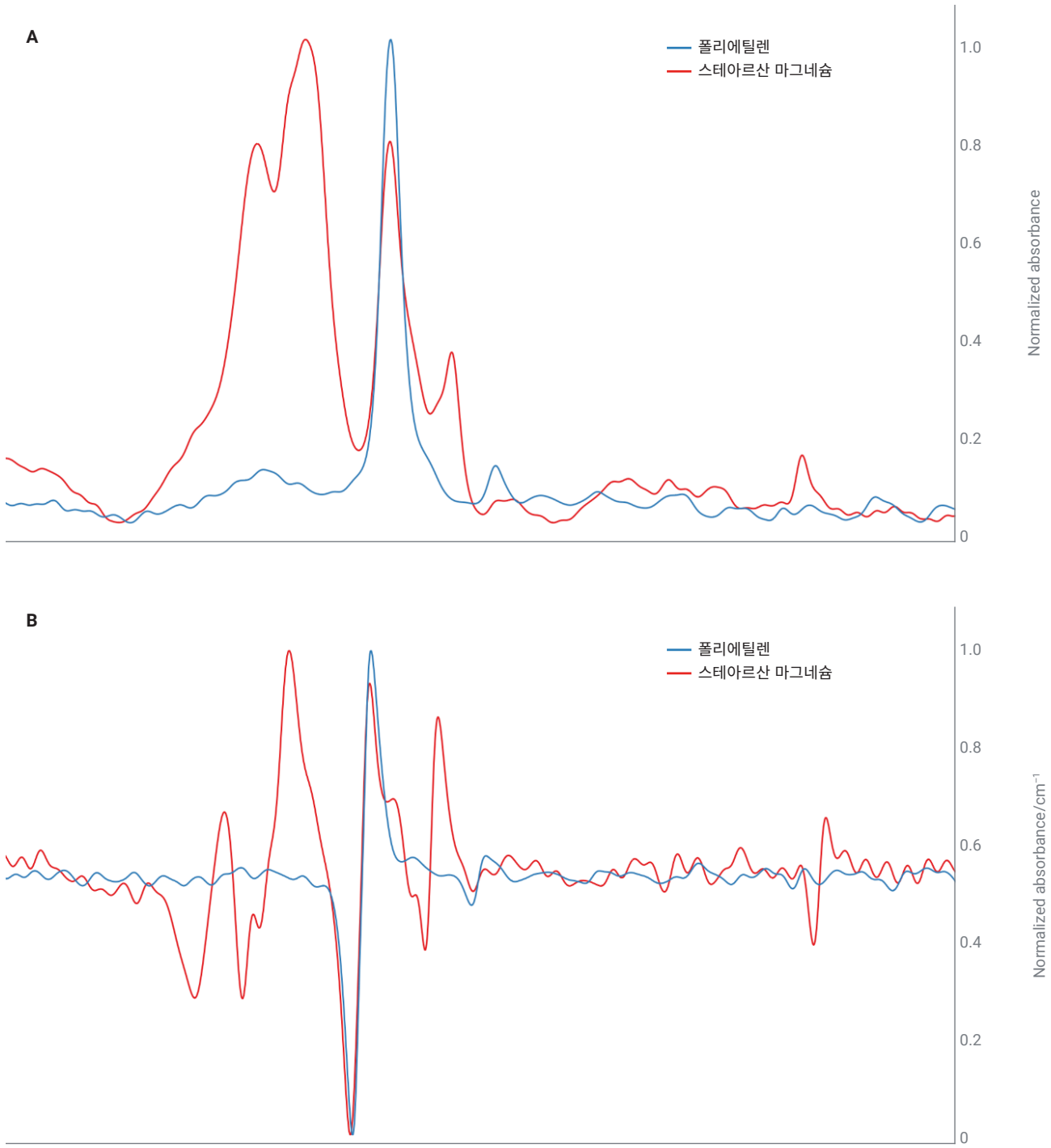


그림 8. 폴리에틸렌 스펙트럼(파란색)과 스테아르산 마그네슘(빨간색) 오버레이. (A) 정규화된 흡광도, (B) 1차 미분.

## 결론

환경에는 많은 합성 및 천연 미세플라스틱이 존재합니다. 폴리머가 아닌 물질이 잠재적인 오염물로 나타날 수 있으므로, 실험실 결과는 혼란을 줄 수 있습니다. 이 응용 자료에서는 Agilent 8700 LDIR이 폴리에틸렌과 스테아르산 마그네슘의 혼합 시료에서 두 물질을 성공적으로 분류 및 식별할 수 있음을 시연하였습니다. LDIR 하드웨어 및 소프트웨어의 높은 성능은 자동화된 입자 분석 워크플로에서 스테아르산 마그네슘과 폴리에틸렌에 대한 잘못된 결과 해석을 방지하였습니다. Agilent Clarity 소프트웨어 내의 완전 자동화된 입자 분석법은 사용자가 미세플라스틱의 입자 크기, 분포 및 식별 정보를 얻을 수 있는 효율적인 방법입니다.

## 참고 문헌

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.  $\mu$ 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](http://www.agilent.com)

DE13478359

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2022  
2022년 12월 1일, 한국에서 발행  
5994-5466KO

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](mailto:korea-inquiry_lsca@agilent.com)