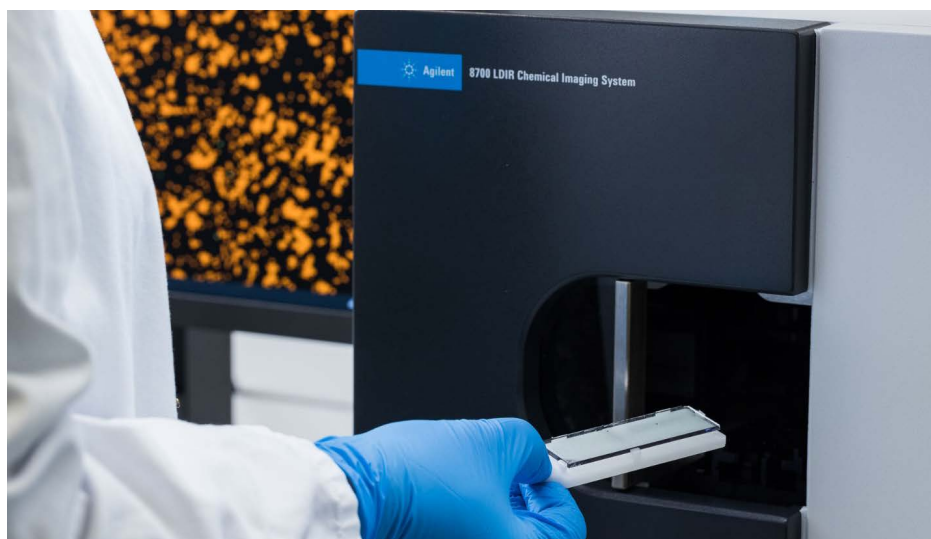


# 使用 Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统 进行微塑料分析

## 准确区分聚乙烯微塑料和硬脂酸镁



### 作者

Wesam Alwan 和  
Darren Robey  
安捷伦科技有限公司

### 摘要

要了解微塑料对环境和食物链的影响，必须对这些颗粒进行准确和适当的表征<sup>[1]</sup>。但是，区分聚乙烯和硬脂酸镁（一种常用于食品、化妆品和乳胶手套的非聚合物化合物），使用光谱技术并不容易。样品可能同时含有聚乙烯微塑料和硬脂酸盐，且光谱通常只有微小的差异。含有长链碳氢化合物的分子可能很难区分，从而产生潜在的假阳性鉴定结果<sup>[2,3]</sup>。本应用简报展示了 Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统如何克服这一挑战并提供准确的微塑料分析。

## 前言

水体中的微塑料污染是普遍会遇到的问题，会对野生动物、饮用水和食品系统造成危害。但传统的光谱技术往往不足以对污染物进行分类，而这却是确定污染物生态影响的关键步骤。在分子水平上，聚乙烯微塑料（其来源多种多样，包括个人护理产品、购物袋和其他物品<sup>[4]</sup>）看起来几乎与硬脂酸镁相同，硬脂酸镁是一种广泛用作各种家用产品添加剂的非水溶性粉末。

在本应用简报中，Agilent Clarity 软件中的自动化微塑料分析工作流程与 8700 LDIR 化学成像系统搭配使用（图 1）。首先使用扫描模式以单波数 ( $1442\text{ cm}^{-1}$ ) 快速扫描样品区域，以生成红外图像。此图像用于定位该区域中的颗粒并描述其大小和形状。定位每个颗粒后，LDIR 会快速自动移动到每个颗粒位置，并获得完整光谱。然后立即将该光谱与微塑料谱库进行比较，从而确定最佳的光谱匹配结果，并按每个颗粒进行报告。该谱库来源可靠，其中包括与微塑料（例如样品和矿物中存在的核心聚合物和天然材料）分析相关的多种光谱<sup>[5, 6]</sup>。

## 实验部分

获取市售透明聚乙烯微球（Cospheric LLC, CPMS-0.96 38-45  $\mu\text{m}$  - 5 g）和硬脂酸镁（MilliporeSigma, 415057-25 g, CAS 号：557-04-0）样品用于研究。每种颗粒类型的示例如图 2 所示。

每个样品的形状和大小都独一无二，因此很容易将它们彼此以及与其他污染物区分开，如图 2 所示。

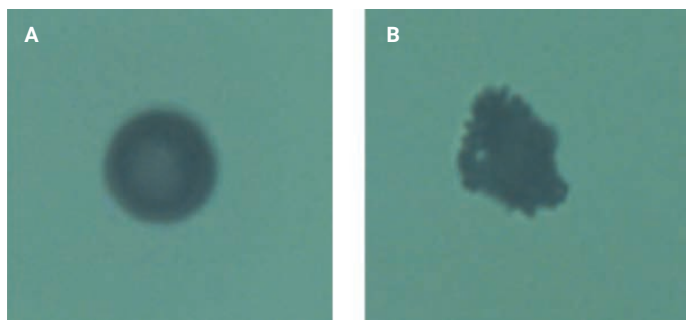


图 2. (A) 透明聚乙烯微球。(B) 硬脂酸镁。两张图像均使用 Agilent 8700 LDIR 化学成像系统的高倍率可见光相机获得



图 1. Agilent 8700 LDIR 化学成像系统可对微塑料进行高速常规分析，包括样品中存在的颗粒数量、样品大小和化学组成

为制备样品用于分析，将大约 2 mg 的两种材料悬浮在无水乙醇 (5 mL) 中，并沉积在低辐射红外反射玻片 (7.5 × 2.5 cm, MirriIR, Kevley Technologies) 上。使乙醇在室温下蒸发后 (大约 2 分钟)，再进行分析。Clarity 软件中包含的自动化颗粒分析工作流程可用于所有样品。此工作流程可自动设置所有必要的仪器设置，包括扫描速度、吹扫速度和衰减。这些设置无法更改。分析人员可以调整多个选项的默认设置，包括颗粒检测系统的灵敏度。此外，分析人员还可以设置自己的匹配质量指标范围。匹配质量描述了样品光谱与参比谱库中光谱的匹配程度。对于本实验，分类范围 (即通过高、中和低来表征光谱匹配质量) 设置为：

- 低置信度 0.65-0.75
- 中置信度 0.75-0.85，以及
- 高置信度 0.85-0.99

将落在该范围外的任何粒子 (即置信度 < 0.65) 都归类为“不明确”。

默认设置最小粒径为 20 μm，最大粒径为 500 μm。使用微塑料起始谱库 (随 LDIR 提供) 进行分析。

## 结果与讨论

为了确定 LDIR 区分聚乙烯与硬脂酸镁的能力，首先分别评估聚乙烯和硬脂酸镁样品，然后混合进行评估。

### 聚乙烯微球

第一步是根据 Clarity 软件提供的谱库评估针对每个聚乙烯微球样品获得的光谱。在总共包含 39 个颗粒的扫描区域 (2.88 × 2.83 mm) 中，使用自动化工作流程将 39 个 (100%) 颗粒鉴定为聚乙烯 (图 3)。如图 4B 所示，所有颗粒均被鉴定为具有高置信度的聚乙烯 (匹配质量指数 > 0.85)。颗粒分析工作流程会在分析结束时自动生成颗粒直径 (μm) 与计数的统计概览 (图 4A)。在此分析中，观察到聚乙烯微球出现团聚。

### 硬脂酸镁

与聚乙烯颗粒类似，根据 Clarity 软件提供的相同谱库对使用 LDIR 获得的硬脂酸镁光谱进行评估。在 2.88 × 2.84 mm 的扫描区域内共检测到 242 个颗粒。所有颗粒均被鉴定为硬脂酸镁，其中 234 个 (96.7%) 颗粒具有高置信度，8 个 (3.3%) 颗粒具有中置信度 (图 5 和图 6)。

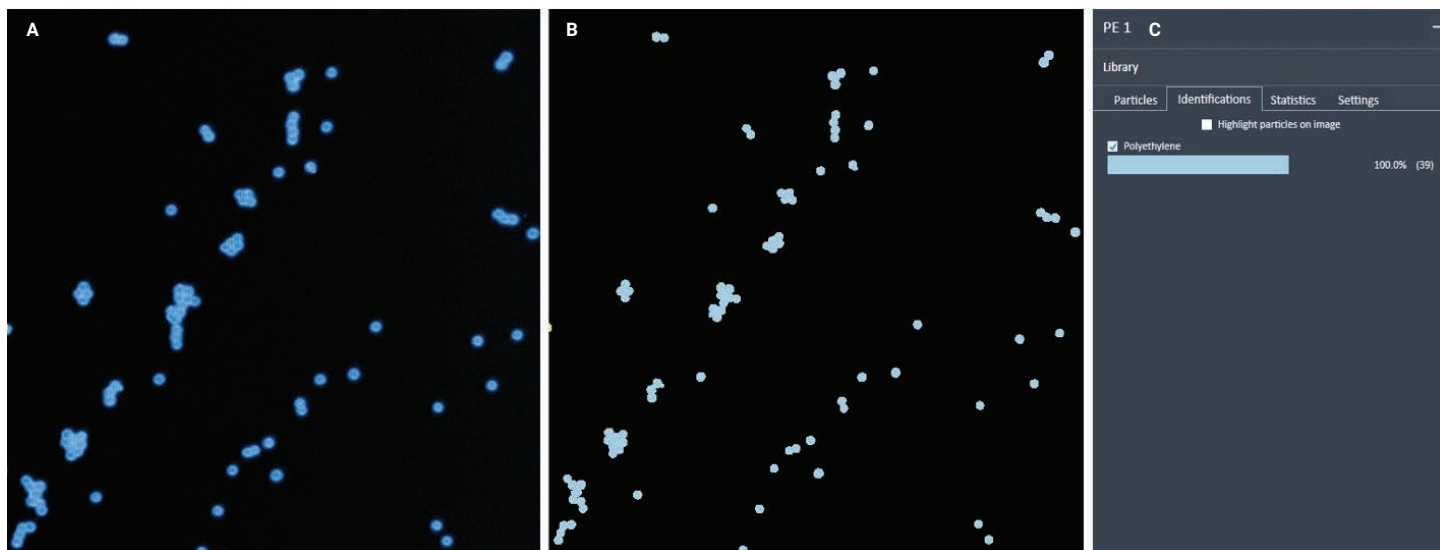


图 3. 使用 Clarity 软件对聚乙烯微球进行自动化工作流程分析。(A) 1442  $\text{cm}^{-1}$  处扫描的红外图像。(B) 发现的颗粒亮点；根据微塑料类型的鉴定结果对颗粒进行着色。(C) 基于微塑料鉴定结果生成的自动统计数据

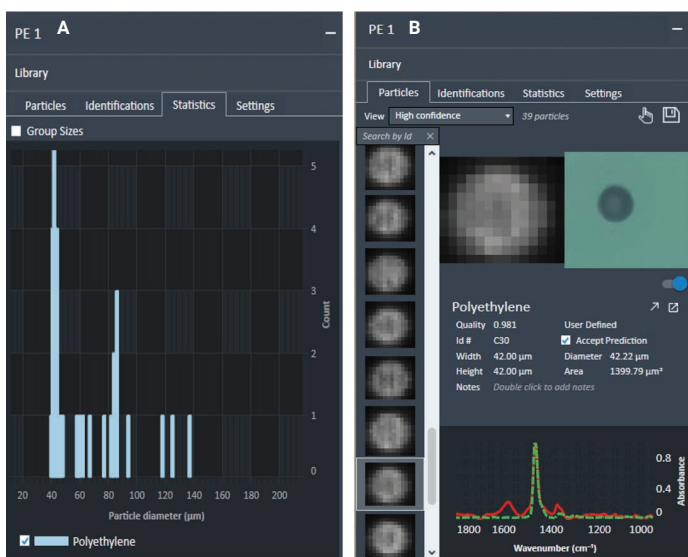


图 4. (A) 基于微塑料颗粒的各种粒径范围的统计数据。(B) 聚乙烯颗粒示例；可以显示颗粒信息，如红外图像、可见光图像、匹配质量指数、大小以及光谱（红色实线）与匹配库的光谱（绿色虚线）的重叠

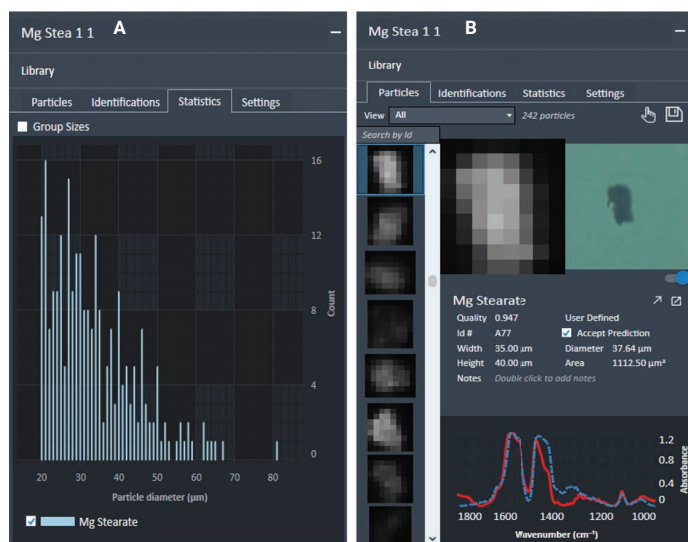


图 5. (A) 基于微塑料颗粒的各种粒径范围的统计数据。(B) 硬脂酸镁颗粒示例；可以显示颗粒信息，如红外图像、可见光图像、匹配质量指数、大小以及光谱（红色实线）与匹配库的光谱（蓝色虚线）的重叠

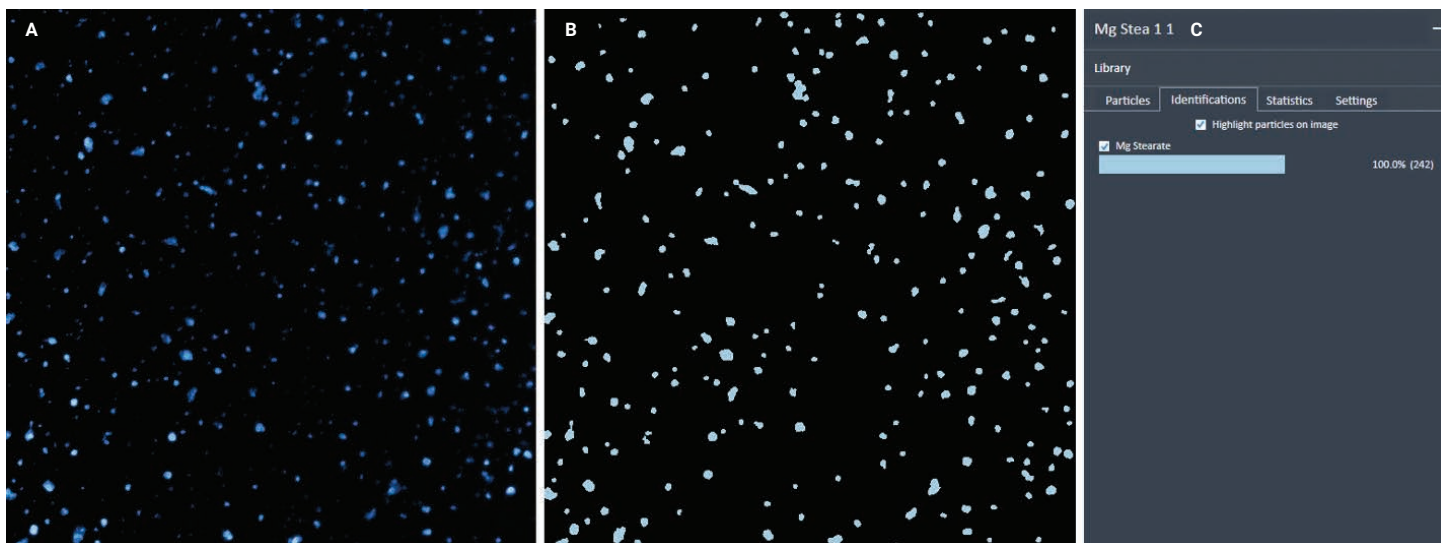


图 6. 使用 Clarity 软件对硬脂酸镁进行自动化工作流程分析。(A) 1442 cm<sup>-1</sup> 处扫描的红外图像。(B) 发现的颗粒亮点：根据微塑料类型的鉴定结果对颗粒进行着色。(C) 基于微塑料鉴定结果生成的自动统计数据

## 混合样品

在 LDIR 对聚乙烯与硬脂酸镁区分能力的评估过程最后一步，使用自动化工作流程分析了两种材料的混合样品。使用内置的高倍率相机可以轻松区分每种类型，从而验证系统生成的结果，如图 4B 和图 5B 所示。扫描此样品的一个区域 (4.66 × 5.58 mm)，其中检测到 346 个颗粒。在这些颗粒中，200 个 (57.8%) 被归类为硬脂酸镁，146 个 (42.2%) 被归类为聚乙烯 (图 7)。

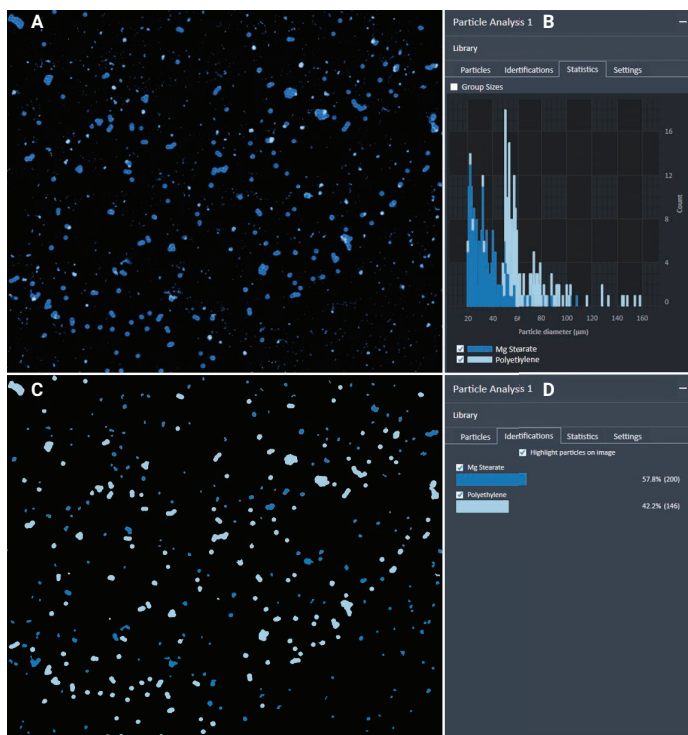


图 7. 混合样品 (硬脂酸镁和聚乙烯) 自动化工作流程分析。(A) 1442 cm<sup>-1</sup> 处扫描的红外图像。(B) 基于微塑料颗粒的各种粒径范围的统计数据。(C) 发现的颗粒亮点; 根据微塑料类型的鉴定结果对颗粒进行着色。(D) 基于微塑料鉴定结果生成的自动统计数据

经过全面目视验证 (手动评估 346 个颗粒) 后, 注意到:

1. 硬脂酸镁与聚乙烯形成了结块, 且被鉴定为硬脂酸镁。发生这种情况是因为 LDIR 依赖于从结块内的最高吸收点 (硬脂酸镁) 获取单点光谱
2. 除了结块外, 并未目视鉴定出未正确分类的硬脂酸镁或聚乙烯颗粒; 即没有假阴性

聚乙烯典型的目标光谱区域是 1480 至 1440 cm<sup>-1</sup> 处的 C-H 弯曲。聚乙烯和硬脂酸镁均显示有该吸收带。然而, 硬脂酸镁在 1500 至 1660 cm<sup>-1</sup> 区域处具有另一个特征性强信号 (图 8)。由于 Clarity 软件使用一阶导数光谱处理作为匹配算法, 1500 至 1600 cm<sup>-1</sup> 处的吸收带有助于准确鉴定硬脂酸镁并与聚乙烯明确区分。

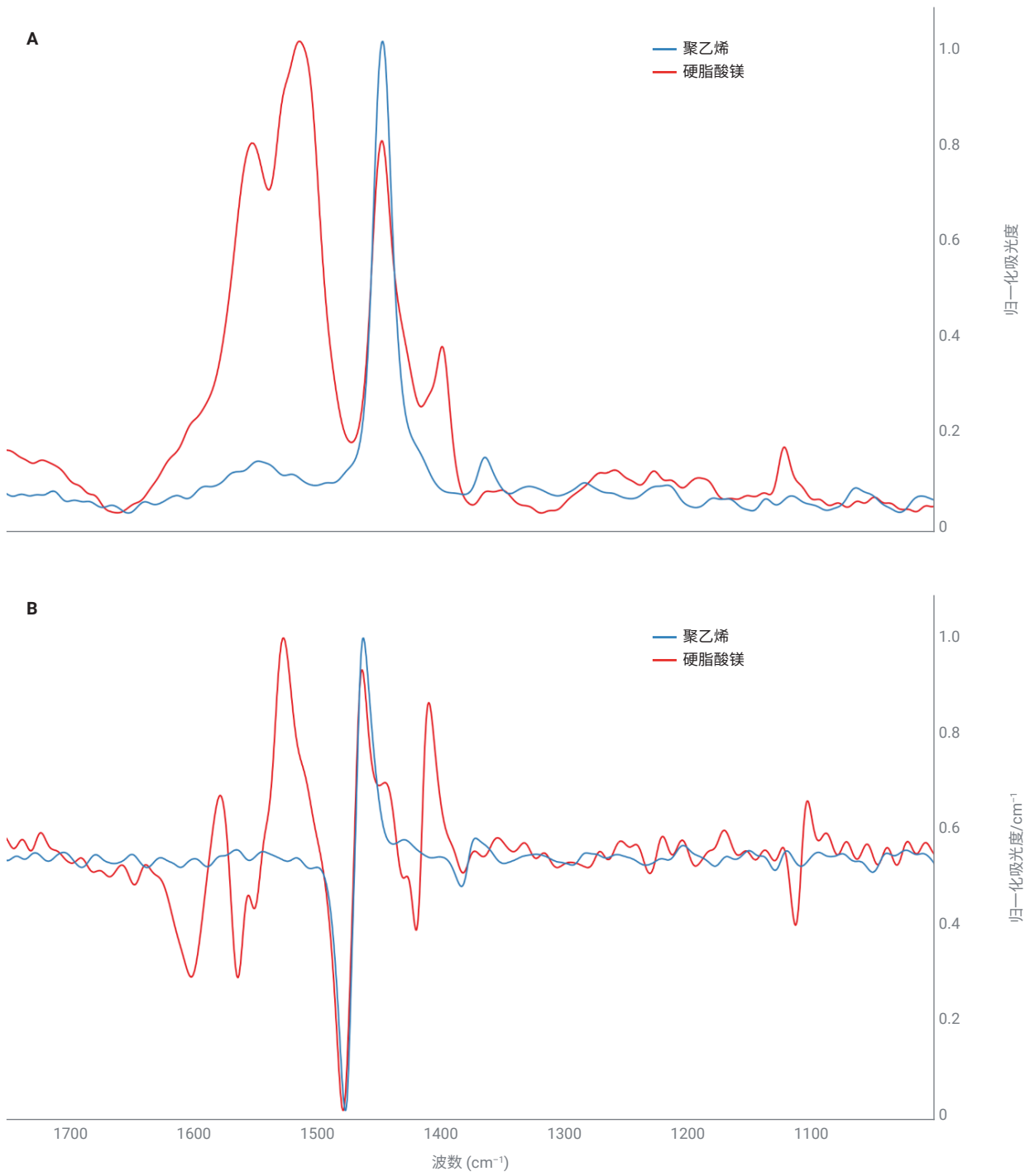


图 8. 聚乙烯光谱 (蓝色) 与硬脂酸镁 (红色) 的叠加。(A) 归一化吸光度; (B) 一阶导数

## 结论

环境中存在许多合成和天然微粒。实验室结果可能会令人感到困惑，因为非聚合物可能成为潜在的污染源。本应用简报表明，Agilent 8700 LDIR 可以成功地对混合样品中的硬脂酸镁和聚乙烯进行分类和区分。LDIR 硬件和软件功能排除了在自动化颗粒分析工作流程中对硬脂酸镁和聚乙烯的错误解析。此外，Agilent Clarity 软件中的全自动颗粒分析方法也是用户获取有关粒径、分布和微塑料鉴定信息的有效方法。

## 参考文献

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

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

DE13478359

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2022  
2022年12月1日，中国出版  
5994-5466ZHCN