

생수 내의 정확한 미세플라스틱 분석

Agilent 8700 Laser Direct Infrared(LDIR) 화학 이미징 시스템 사용



저자

Subharthe Samandra,
Bradley Clarke
Australian Laboratory for
Emerging Contaminants,
School of Chemistry,
Faculty of Science,
The University of Melbourne,
Victoria, Australia

Wesam Alwan
Agilent Technologies, Inc.
Mulgrave, Australia

개요

미세플라스틱은 1 μ m에서 5mm 크기의 작은 플라스틱 입자로 정의됩니다. 부실한 폐기물 관리와 플라스틱 오염으로 인해 미세플라스틱은 이제 환경에 널리 존재하는 것으로 기록되어 있습니다.^{1,2} 그러나 음식을 통해 미세플라스틱에 노출되는 경로는 아직 완전히 이해되지 않았습니다. 생수 소비량은 매년 7%씩 증가하여 2025년에는 전 세계 생수 총 소비량이 5130억 리터에 이를 것으로 추정됩니다.³ 이 연구는 **Agilent 8700 Laser Direct Infrared(LDIR) 화학 이미징 시스템**이 생수 내 미세플라스틱의 존재를 정확하게 식별하고 정량하는 방법을 보여 줍니다. 이 연구는 또한 미세플라스틱 오염원 연구에서의 **Agilent Cary 630 FTIR 분광기**의 성능을 보여줍니다.

서론

플라스틱 생산량이 기하급수적으로 증가함에 따라 플라스틱으로 인한 환경 오염도 함께 증가하고 있습니다.⁴ 대부분의 플라스틱은 더 작은 조각(미세플라스틱이라고도 함)으로 분해되어 더 쉽게 섭취할 수 있습니다. 최근 259개의 생수 시료를 조사한 결과, 93%가 미세플라스틱 오염 징후를 보였습니다.⁵ 일반적으로 플라스틱 물병은 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET) 또는 재활용 PET로 만들어지며, 뚜껑은 폴리프로필렌 또는 폴리에틸렌입니다.

이 응용 자료에서는 **Agilent Clarity 소프트웨어**의 자동화된 미세플라스틱 분석 워크플로와 LDIR(그림 1)을 사용하여 두 가지 생수의 상업 브랜드에 존재하는 미세플라스틱의 특성을 규명했습니다. 오염원을 연구하기 위해 **다이아몬드 ATR(Attenuated total reflectance) 모듈**(그림 2)이 내장된 **Agilent Cary 630 FTIR 분광기**를 사용하여 각 브랜드(병 및 뚜껑)의 폴리머 유형을 식별했습니다.



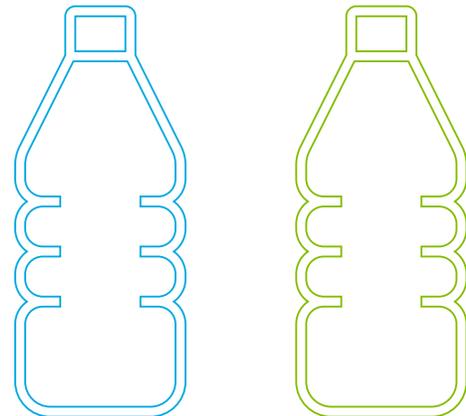
그림 1. Agilent 8700 LDIR 화학 이미징 시스템을 사용하면 시료에 존재하는 입자 수, 입자의 크기 및 화학적 조성을 포함하여 미세플라스틱의 빠른 일상 분석이 가능합니다.



그림 2. 다이아몬드 ATR 모듈이 내장된 Agilent Cary 630 FTIR 분광기.

실험

시중에서 판매되는 두 가지 생수 브랜드(그림 3)는 현지 슈퍼마켓에서 구매했습니다.



브랜드 A
용량: 600mL
가격: 3.20 AUD

브랜드 B
용량: 600mL
가격: 0.90 AUD

그림 3. 이 연구에 사용된 생수 브랜드에 대한 세부 정보.

시료 전처리

두 병의 생수(600mL)를 멸균 폴리에스테르(PETG) 금 코팅 멤브레인 필터(0.8 μ m, 100/0nm 코팅, 25mm)를 통해 여과했습니다. 모든 미세플라스틱 입자를 수집하기 위해 미세플라스틱이 없는 물을 사용하여 병과 funnel 내부를 한 번 헹궈했습니다. 금 코팅 멤브레인 필터가 변형되는 것을 방지하기 위해 기공이 작은 유리 프리트 진공 여과를 사용했습니다. 기공이 작은 유리 프리트 진공 여과는 높은 기공 밀도와 견고한 구조를 나타내기 때문에 진공 압력이 더 고르게 퍼지도록 합니다. 여과가 완료되면 핀셋을 사용하여 금 코팅 멤브레인을 조심스럽게 제거하고 슬라이드 홀더에 가지런히 놓았습니다. 그런 다음 그림 4와 같이 골드 링을 조여 필터 표면이 균일하게 편평해지도록 했습니다.

8700 LDIR 화학 이미징 시스템

이 연구에서는 Clarity 소프트웨어를 사용하여 제어되는 Agilent 8700 LDIR 화학 이미징 시스템이 사용되었습니다. 각 시료의 미세플라스틱 입자가 로드된 두 개의 폴리에스테르(PETG) 금 코팅 멤브레인 필터를 Clarity 소프트웨어의 완전 자동화된 입자 분석법을 사용하여 Agilent 8700 LDIR로 분석했습니다. 데이터 수집에 사용되는 분석법 설정 파라미터는 표 1에 나와 있습니다. 기기 파라미터는 모두 기기 기본 설정으로 지정했습니다.



1. 제공된 핀셋을 사용하여 필터를 놓습니다.



2. funnel을 배치합니다.



3. 클램프로 여과 어셈블리를 고정합니다.



4. 시료를 여과합니다.



5. 돌출된 플랫폼 위에 필터를 놓습니다.



6. 황동 리테이닝 링을 끼웁니다.

그림 4. 시료 여과 장비 및 LDIR 온필터 분석을 위한 시료 전처리 단계.

ATR 모듈이 내장된 Cary 630 FTIR

생수에서 발견되는 미세플라스틱의 출처를 연구하기 위해 다이아몬드 ATR 모듈이 내장된 Cary 630 FTIR 분광기를 사용했습니다. 각 브랜드의 병과 뚜껑 시료(~5mm)를 ATR을 사용하여 직접 측정하고, 사용자 생성 폴리머 라이브러리를 통해 식별했습니다. 이 스펙트럼 라이브러리에는 플라스틱 업계에서 가장 일반적으로 사용되는 폴리머의 ATR 스펙트럼이 포함되어 있습니다. 이 라이브러리는 폴리스티렌, 폴리프로필렌, 고밀도 및 저밀도 폴리에틸렌, 폴리에틸렌 테레프탈레이트, 폴리염화비닐, 폴리카보네이트, 폴리(메틸메타크릴레이트), 폴리옥시메틸렌, 폴리아미드 및 폴리테트라플루오로에틸렌이 포함된 폴리머 시료 키트(Scientific Polymer Products, Inc., 카탈로그 번호 205, LOT 번호 600801012)를 사용하여 개발되었습니다. 라이브러리 검색 방법은 표 2에 나타난 파라미터를 사용하여 유사 검색 알고리즘을 적용하여 사용했습니다.

결과 및 토의

Clarity 소프트웨어 입자 분석법은 LDIR 스캔 및 스윙 모드를 모두 사용했습니다. 먼저 스캔 모드를 사용하여 단일 파수에서 시료 선택 영역(각 필터의 경우 직경 약 16mm까지)을 빠르게 스캔하여 입자를 찾고 각 입자의 경계를 측정했습니다(그림 5). 입자의 위치를 찾으면 LDIR은 자동으로 각 입자로 빠르게 이동하여 파장 범위(중적외선 핑거프린트 영역을 통한 스위프 모드)에 걸쳐 전체 스펙트럼을 획득했습니다. 그런 다음 실시간으로 스펙트럼을 Microplastics Starter 2.0 스펙트럼 라이브러리와 비교했습니다. 스펙트럼에 가장 잘 맞는 매칭을 결정하고 각 입자에 대해 보고했습니다.

브랜드 A의 경우 총 98개의 입자가 검출되었지만, 검색 결과 품질 지수가 0.8을 초과하는 미세플라스틱(크기 범위 20~100µm, 그림 6)은 4개에 불과했습니다. 나머지 입자는 검색 결과 품질 지수가 0.8 미만인 플라스틱 폴리머이거나 자연적으로 발생하는 폴리아미드 및 셀룰로오스 소재와 같은 미세플라스틱이 아닌 입자였습니다. 브랜드 B의 경우 더 많은 입자(총 1,112개)가 검출되었으며, 앞서 언급한 보고 기준에 따라 33개만이 미세플라스틱(크기 범위 20~703µm)으로 확인되었습니다.

표 1. Agilent 8700 LDIR 화학 이미징 시스템 자동 미세플라스틱 분석법에 사용되는 파라미터.

파라미터	설정
분석법	입자 분석
사용된 라이브러리	Microplastics Starter 2.0 ^{6,7}
오토 스캔	켄
시각적 이미지 수집	예
입자 감도	자동
검색 결과 품질 지수 범위	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 “미정”으로 분류되었습니다.”
크기 분류 범위(µm)	0~30 30~50 50~100 100~200 200~300 300~500 >500
스캔 속도	기본값(8)
스윙 속도	기본값(3, 고속)
초점 오프셋	0
편광(도)	기본값(0)
감쇠(%)	기본값(0)/자동

표 2. Agilent Cary 630 FTIR-ATR 작동 파라미터.

파라미터	설정
분석법	라이브러리 검색
사용된 라이브러리	사용자 생성 폴리머 라이브러리
검색 알고리즘	유사
스펙트럼 범위	4,000~650cm ⁻¹
백그라운드 스캔	64
시료 스캔	64
스펙트럼 분리능	4cm ⁻¹
백그라운드 수집	공기
색으로 구분된 신뢰도 수준 임계값	초록색(높은 신뢰도): >0.97 노랑색(중간 신뢰도): 0.95~0.97 빨간색(낮은 신뢰도): <0.95

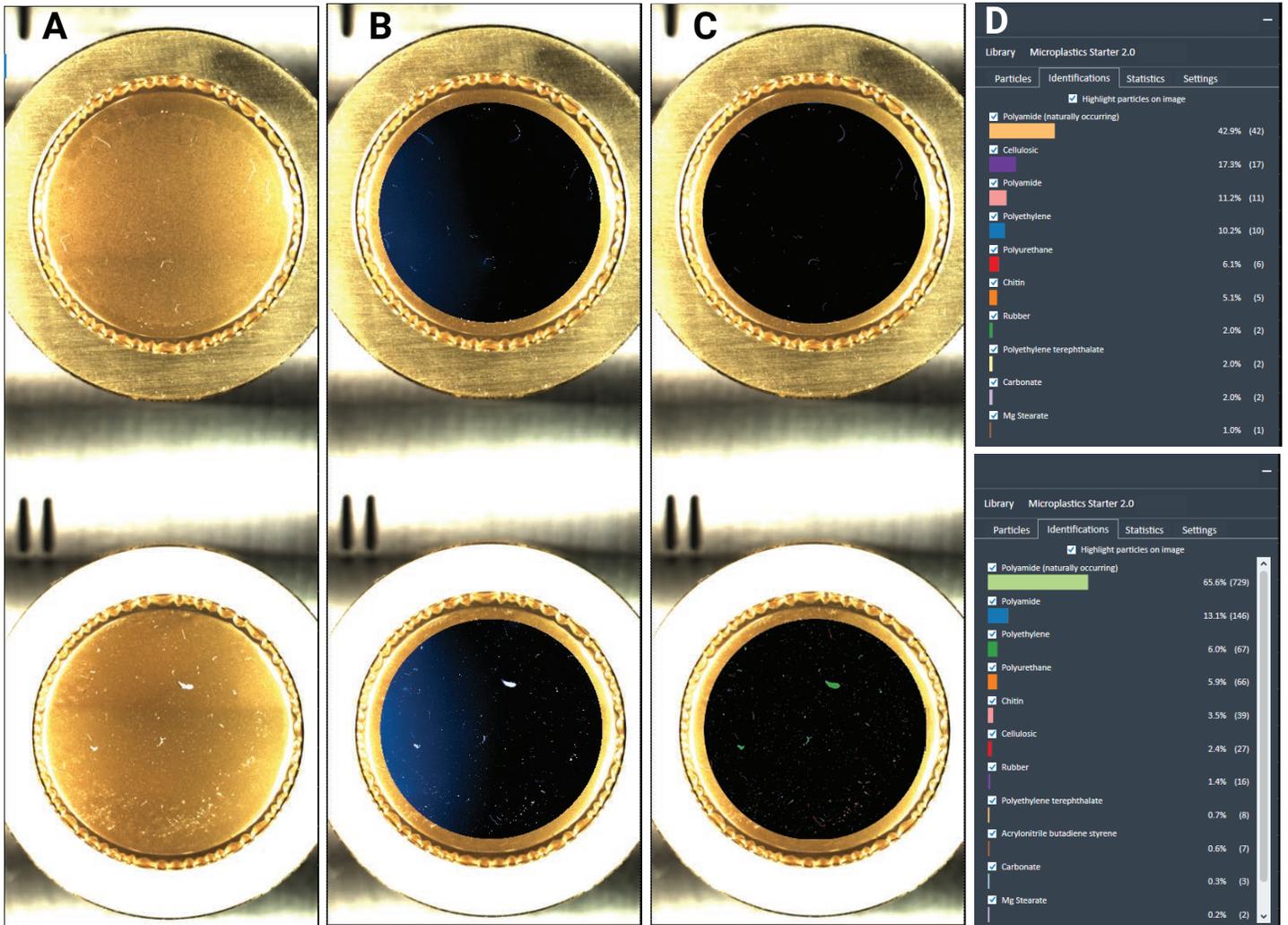


그림 5. Agilent 8700 LDIR 시스템을 사용하여 금 코팅 폴리에스테르 멤브레인 필터에서 직접 분석한 브랜드 A(위) 및 B(아래)의 미세플라스틱 식별 및 분류 데이터. (A) 두 필터의 시각적 이미지. (B) 두 필터의 1,442cm⁻¹에서 스캔된 IR 이미지. (C) 발견된 입자의 하이라이트 - 입자는 두 필터의 식별된 미세플라스틱 유형에 따라 색상이 지정됩니다. (E) 두 브랜드 모두에서 미세플라스틱 식별을 기반으로 생성된 자동 통계 데이터.

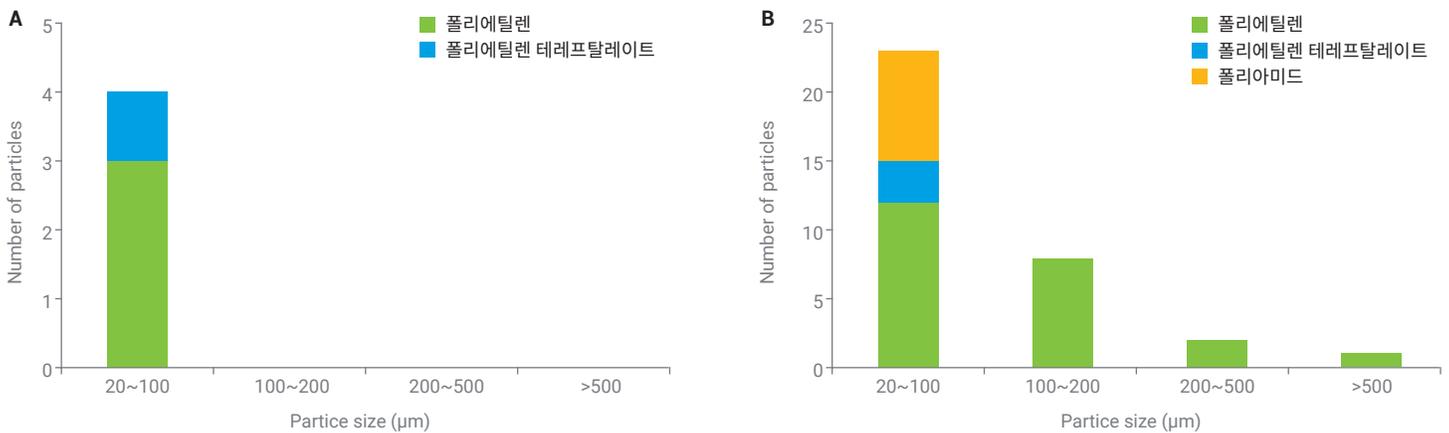


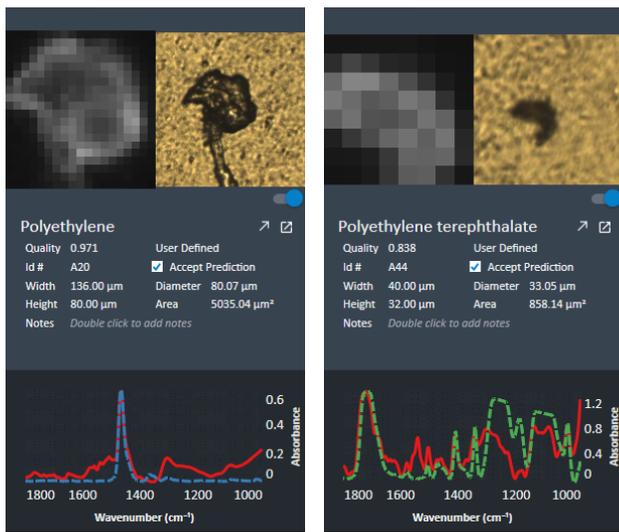
그림 6. Agilent 8700 LDIR 화학 이미징 시스템을 사용한 (A) 브랜드 A와 (B) 브랜드 B에서 확인된 입자 수, 크기 범위 및 유형.

두 브랜드 모두에서 PE 및 PET 미세플라스틱이 오염 물질로 확인되었습니다. 그림 7과 같이 브랜드 A는 PE 입자가 3개(75%), PET 입자가 1개(25%)였고, 브랜드 B는 PE 입자가 23개(69%), PET 입자가 3개(9%)였습니다. 또한 브랜드 B는 8개의 PA 입자(24%)로 오염된 것으로 나타났습니다. 또한 두 시료 모두에서 미세플라스틱이 아닌 입자가 높은 품질 지수로 검출되었습니다(그림 8).

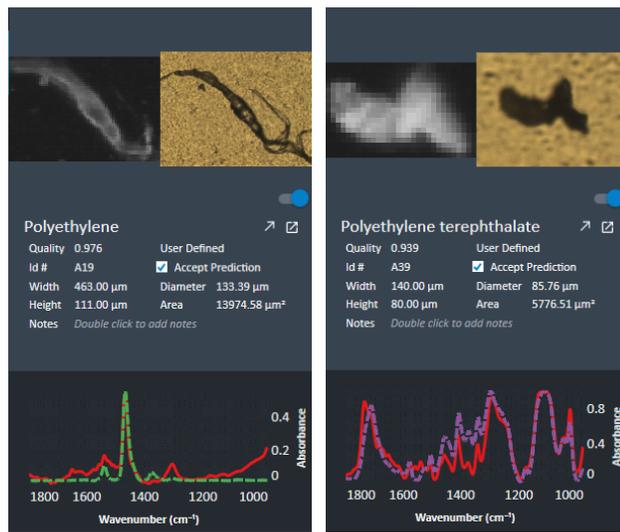
Cary 630 FTIR을 이용한 미세플라스틱 출처 연구

실험 섹션에서 설명한 바와 같이, 두 브랜드에 존재하는 미세플라스틱의 출처를 연구하기 위해 다이아몬드 ATR이 내장된

Cary 630 FTIR 분광기를 사용했습니다. 그림 9에서 볼 수 있듯이 브랜드 A와 브랜드 B의 병 폴리머 유형은 검색 결과 품질 지수가 각각 0.98027과 0.97496인 PET로 확인되었습니다. 결과는 사용자가 정의한 신뢰 수준 임계치에 따라 색상으로 표시됩니다(표 2 참조). 그림 10에서 볼 수 있듯이 브랜드 A와 B의 뚜껑은 검색 결과 품질 지수가 각각 0.98571과 0.98914인 고밀도 PE로 확인되었습니다. Cary 630 FTIR 분광기는 **Agilent MicroLab PC 소프트웨어**로 제어되며, 이 소프트웨어는 그림 인터페이스를 통해 사용자에게 시료 주입부터 보고까지의 분석 단계를 안내합니다(그림 11).

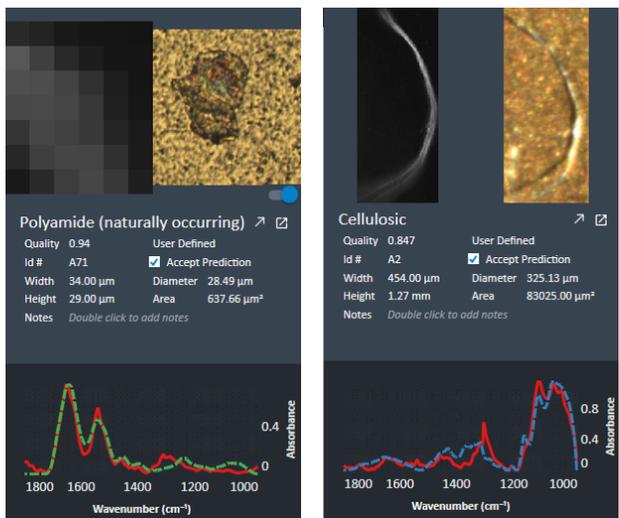


브랜드 A

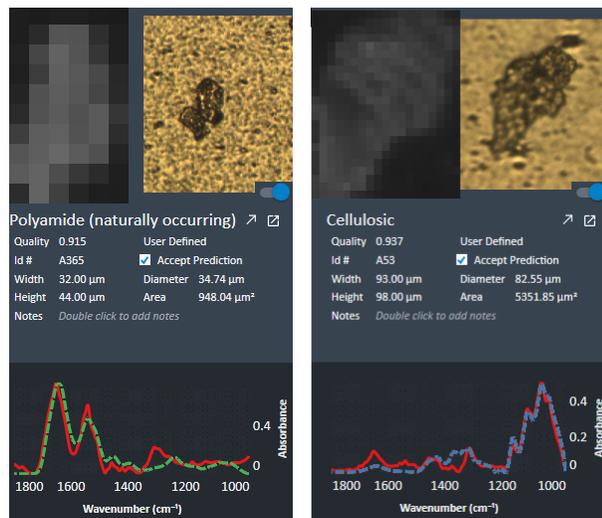


브랜드 B

그림 7. 브랜드 A와 브랜드 B 모두에서 확인된 미세플라스틱(PE 및 PET)의 예.



브랜드 A



브랜드 B

그림 8. 브랜드 A와 브랜드 B 모두에서 확인된 미세플라스틱이 아닌 입자(자연적으로 발생하는 폴리amide 및 셀룰로오스 소재)의 예.

브랜드 A

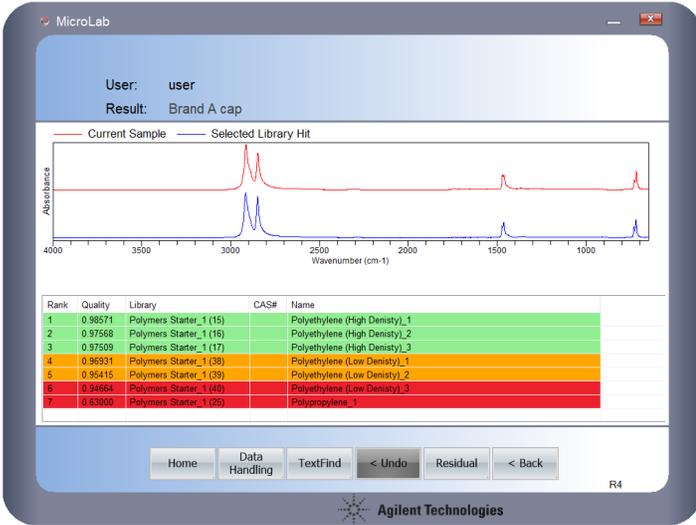


브랜드 B



그림 9. Agilent Cary 630 FTIR 분광기의 병(빨간색 선) 정성 분석 및 라이브러리 검색 결과(파란색 선). 표에는 검색 결과 품질과 사용된 라이브러리, 브랜드 A와 B의 검색 결과 이름이 나와 있습니다.

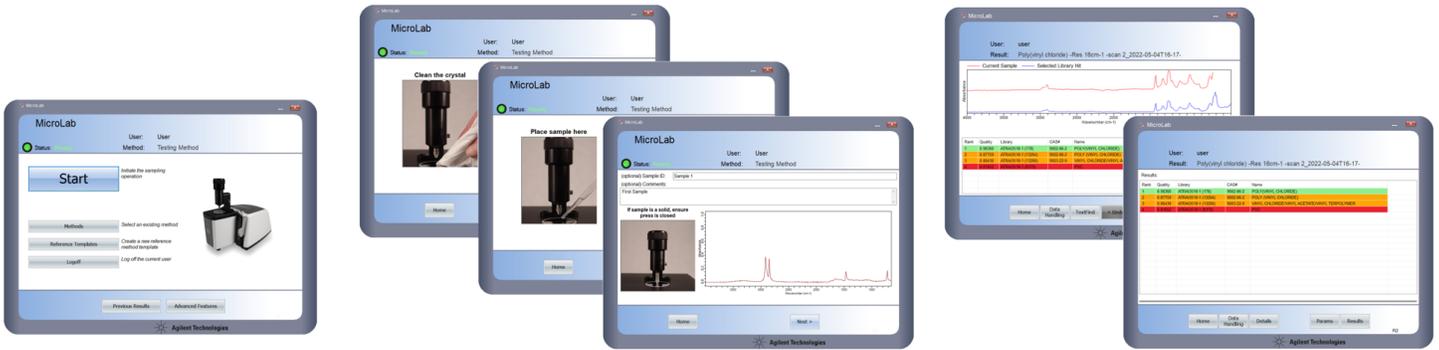
브랜드 A



브랜드 B



그림 10. Agilent Cary 630 FTIR 분광기의 뚜껑(빨간색 선) 정성 분석 및 라이브러리 히트(파란색 선). 표에는 검색 결과 품질과 사용된 라이브러리, 브랜드 A와 B의 검색 결과 이름이 나와 있습니다.



① 분석 시작.

② 그림 기반의 소프트웨어 지침을 따름.

③ 색상으로 구분된 실용적 결과 즉시 수신.

그림 11. Agilent MicroLab PC 소프트웨어의 직관적인 워크플로는 Agilent Cary 630 FTIR 분광기의 분석 결과에서 쉽게 답을 찾을 수 있도록 해줍니다. 그림을 통해 안내되는 이 소프트웨어는 교육의 필요성을 줄여주고 사용자의 오류 위험을 최소화합니다.

두 브랜드의 병과 뚜껑에 대해 얻은 ID는 8700 LDIR 화학 이미징 시스템을 사용하여 얻은 데이터와 일치했습니다. 따라서 두 시료 모두에서 PE가 많이 검출된 것은 물병을 여닫을 때 발생하는 결과일 수 있다고 추정할 수 있습니다. 이는 Samandra et al.(2022)에 의해 잠재적인 원인으로 보고되기도 했습니다.⁸ PA의 잠재적인 출처는 확인할 수 없었지만, 병 포장, 물의 원천, 시료 추출 중 발생하는 오염 등이 원인일 수 있습니다. 그러나 실제 출처를 파악하기 위해서는 추가 연구가 필요합니다.

결론

Agilent 8700 LDIR 화학 이미징 시스템의 온필터 분석 기능을 사용하여 브랜드 A와 B에서 0.80 이상의 검색 결과 품질로 총 4개와 33개의 미세플라스틱 입자를 검출했습니다. PE와 PET는 두 브랜드 모두에서 가장 많이 검출된 폴리머였습니다. 금 코팅 필터에서 PET, PE 및 미세플라스틱이 아닌 입자에 대해 높은 수준의 식별 정확도와 신뢰도를 달성했습니다.

이 연구는 진공 필터 시료 전처리 절차와 LDIR 분석법이 효율적인 미세플라스틱 분석을 제공하고 상당한 시간을 절약했음을 보여줍니다. 직접 필터 LDIR 분석법은 시료 처리량이 적어 시료 오염 가능성이 낮고 정확도가 뛰어나며 시료 처리량이 높습니다. 8700 LDIR 화학 이미징 시스템의 자동화된 워크플로는 많은 수의 시료와 빠른 시료 분석을 필요로 하는 다양한 매트릭스의 미세플라스틱의 특성을 정확하게 규명하는 데 도움이 됩니다.

또한 Agilent Cary 630 FTIR 분광기는 간단한 폴리머 식별 분석을 수행하여 미세플라스틱의 출처를 조사할 수 있는 간편한 솔루션을 제공했습니다. 이 응용 자료는 응용에 맞는 샘플링 모듈과 분석법을 사용하여 폴리머 식별을 위한 Cary 630 FTIR의 유연성을 보여주었습니다. 직관적인 그림 안내 방식의 Agilent MicroLab PC 소프트웨어는 빠르고 쉽게 배울 수 있어 교육 필요성과 작업자 오류를 줄여주며 다양한 매트릭스에서 미세플라스틱의 출처를 연구하는 데 쉽게 사용할 수 있습니다.

참고 문헌

1. GESAMP: Joint Group of Experts on the Scientific Aspects of Marine Environmental Protection. Sources, Fate and Effects of Microplastics in the Marine Environment: a Global Assessment. *International Maritime Organization*, **2015**. [GESAMP_microplastics_full_study.pdf \(europa.eu\)](#)
2. Adaptation of Definition of 'Microplastics in Drinking Water'. *SCCWRP, S.W.R.C.B.* **2021**, 2020-0021.
3. Aslani, H. *et al.* Tendencies Towards Bottled Drinking Water Consumption: Challenges Ahead of Polyethylene Terephthalate (PET) Waste Management. *Health Promotion Perspectives* **2021**, 11(1), 60-68.
4. Horton, A. A. *et al.* Microplastics in Freshwater and Terrestrial Environments: Evaluating the Current Understanding to Identify the Knowledge Gaps and Future Research Priorities. *Sci. Total Environ.* **2017**, 586, 127-141. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2017.01.190
5. Mason S. A.; Welch V. G.; Neratko, J. Synthetic Polymer Contamination in Bottled Water. *Front. Chem.* **2018**, 6, 407. DOI: 10.3389/fchem.2018.00407
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
8. Samandra, S. *et al.* Assessing Exposure of the Australian Population to Microplastics Through Bottled Water Consumption. *Science of the Total Environment*, 837, 155329. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2022.155329

추가 정보

- Agilent 8700 LDIR 화학 이미징 시스템
- Agilent Clarity 소프트웨어
- 미세플라스틱 기술 관련 FAQ
- 물 내 미세플라스틱 분석
- Agilent Cary 630 FTIR 분광기
- Agilent MicroLab 소프트웨어
- ATR-FTIR 분광기 개요

www.agilent.com/chem/8700-ldir

DE61429752

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2023
2023년 2월 2일 한국에서 발행
5994-5616KO

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