

准确分析瓶装饮用水中的微塑料

使用 Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统



作者

Subharthe Samandra 和
Bradley Clarke
澳大利亚新型污染物实验室，
墨尔本大学理学院，
化学学院
澳大利亚维多利亚州

Wesam Alwan
安捷伦科技有限公司
澳大利亚马尔格雷夫

摘要

微塑料是指粒径在 1 μm 与 5 mm 之间的小塑料颗粒。据报道，由于废弃物管理不当和塑料污染，微塑料目前广泛存在于环境中^[1,2]。但是，微塑料的膳食暴露途径目前尚不明确。据计算，瓶装水的消费量将以每年 7% 的速度增长，预计到 2025 年，全球瓶装水的平均总消费量将达到 5130 亿升^[3]。本研究展示了 **Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统** 如何准确鉴定和定量瓶装饮用水中存在的微塑料。本研究还展示了 **Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪** 用于研究微塑料污染源的能力。

前言

随着塑料产量的指数级增长，环境中的塑料污染也随之增加^[4]。大多数塑料会分解成更小的碎片（也称为微塑料），从而更容易被摄入。最近的研究对 259 个瓶装饮用水样品进行了处理，其中 93% 的样品表现出一些微塑料污染的迹象^[5]。通常，塑料水瓶由聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 或再生 PET 制成，瓶盖为聚丙烯或聚乙烯材质。

在本应用简报中，利用 **Agilent Clarity** 软件中的自动化微塑料分析工作流程与 LDIR（图 1）表征两个商业品牌瓶装饮用水中存在的微塑料。为了研究污染源，使用配备**钻石晶体衰减全反射 (ATR)** 模块的 **Agilent Cary 630 FTIR** 光谱仪（图 2）来鉴定每个品牌（瓶子和瓶盖）的聚合物类型。



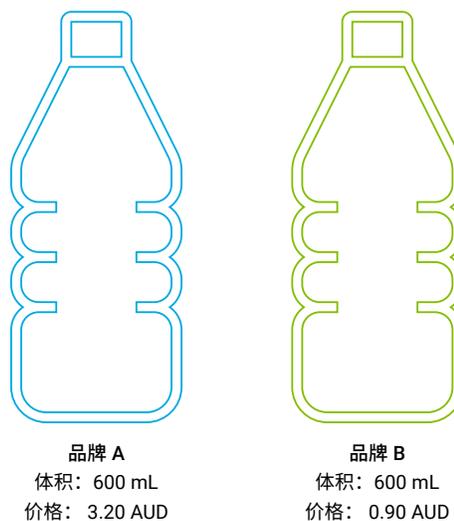
图 1. Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统能够对微塑料进行快速常规分析，包括样品中存在的颗粒数量以及粒径和化学组成



图 2. 配备钻石晶体 ATR 模块的 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪

实验部分

两种品牌的市售瓶装饮用水（图 3）购自当地超市。



品牌 A
体积：600 mL
价格：3.20 AUD

品牌 B
体积：600 mL
价格：0.90 AUD

图 3. 本研究中使用的瓶装饮用水品牌的详细信息

样品前处理

使用 Sterlitech 聚酯 (PETG) 镀金滤膜 (0.8 μm , 100/0 nm 涂层, 25 mm) 对两瓶饮用水 (600 mL) 进行过滤。为确保收集到所有存在的微塑料颗粒, 使用不含微塑料的水冲洗瓶子和漏斗的内部各一次。为避免镀金滤膜变形, 采用小孔玻璃砂芯真空抽滤。由于小孔玻璃砂芯真空抽滤具有高孔密度和固体结构, 它可以确保真空压力更均匀地扩散。抽滤完成后, 使用镊子小心地取出镀金膜, 并均匀地放在玻片支架上。然后拧紧金色固定环以确保滤膜表面均匀、平坦, 如图 4 所示。

8700 LDIR 激光红外成像系统

本研究使用 Clarity 软件控制的 Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统。Agilent 8700 LDIR 使用 Clarity 软件中的全自动化 Particle Analysis (颗粒分析) 方法, 对两个载有微塑料颗粒的聚酯 (PETG) 镀金滤膜进行了分析。数据采集所用方法设置参数如图 1 所示。仪器参数全部采用仪器默认设置。



图 4. 样品抽滤装置及用于 LDIR 滤膜分析的样品前处理步骤

配备 ATR 模块的 Cary 630 FTIR

为了研究瓶装饮用水中微塑料的来源，使用了配备钻石晶体 ATR 模块的 Cary 630 FTIR 光谱仪。使用 ATR 直接测量各品牌的瓶子和瓶盖样品（约 5 mm），并通过用户生成的聚合物谱库进行鉴定。该谱库包含塑料行业中最常用的聚合物的 ATR 光谱。该谱库使用聚合物样品套装（Scientific Polymer Products, Inc.; 货号 205; 批号 600801012）开发，该聚合物样品套装包括聚苯乙烯、聚丙烯、高密度和低密度聚乙烯、聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚氯乙烯、聚碳酸酯、聚(甲基丙烯酸甲酯)、聚甲醛、聚酰胺和聚四氟乙烯。使用表 2 所示的参数，通过相似度检索算法来进行谱库搜索。

结果与讨论

Clarity 软件颗粒分析方法同时采用 LDIR 扫描和 Sweep 模式。首先使用扫描模式，在单个波数下快速扫描样品选定区域（每片滤膜中直径约为 16 mm 的区域），以定位颗粒并确定各颗粒的边界（图 5）。定位颗粒后，LDIR 会快速自动移动到每个颗粒位置，并获得波长范围内的完整光谱（Sweep 模式，涵盖中红外指纹区）。将这些光谱与 Microplastics Starter 2.0 光谱库进行实时比较。从而确定最佳的光谱匹配结果，并按每个颗粒进行报告。

对于品牌 A，总共检测到 98 个颗粒，但仅检测到 4 个匹配质量指数 > 0.8 的微塑料（粒径范围为 20–100 μm ，图 6）。其余颗粒为匹配质量指数 < 0.8 的塑料聚合物或非微塑料颗粒（例如天然存在的聚酰胺和纤维素材料）。对于品牌 B，检测到更多颗粒（总共 1112 个），但使用如前所述的报告标准，仅 33 个颗粒鉴定为微塑料（粒径范围为 20–703 μm ）。

表 1. 用于 Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统自动化微塑料分析方法的参数

参数	设置
方法	颗粒分析
所用谱库	Microplastics Starter 2.0 ^[6,7]
自动扫描	开启
采集可见光图像	是
颗粒灵敏度	自动
匹配质量指数范围	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) – 高置信度 (0.85–0.99) 将落在该范围外的任何颗粒（即 < 0.65）都归类为“不明确”
粒径分类范围 (μm)	0–30 30–50 50–100 100–200 200–300 300–500 > 500
扫描速度	默认 (8)
波长扫描速度	默认 (3, 高速)
偏焦量	0
偏振 (度)	默认 (0)
衰减 (%)	默认 (0)/自动

表 2. Agilent Cary 630 FTIR-ATR 操作参数

参数	设置
方法	谱库搜索
所用谱库	用户生成的聚合物谱库
检索算法	相似度
光谱范围	4000–650 cm^{-1}
背景扫描次数	64
样品扫描次数	64
光谱分辨率	4 cm^{-1}
背景校正	空气
颜色标记的置信度阈值	绿色（高置信度）：> 0.97 黄色（中置信度）：0.95–0.97 红色（低置信度）：< 0.95

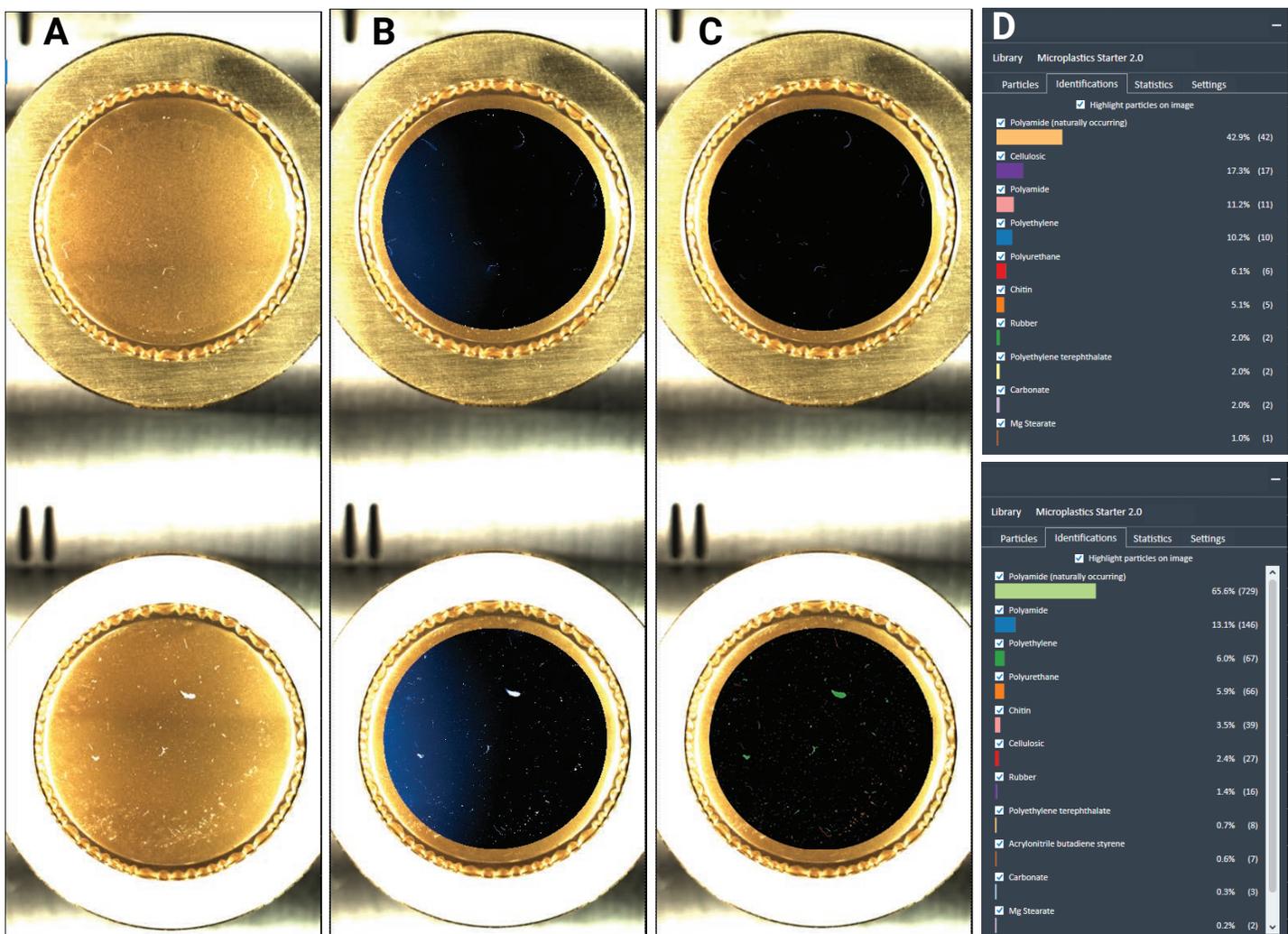


图 5. 使用 Agilent 8700 LDIR 系统直接分析镀金聚酯滤膜，获得的品牌 A（上图）和 B（下图）样品的微塑料鉴定结果和分类数据。(A) 两片滤膜的可见光图像。(B) 两片滤膜在 1442 cm^{-1} 处扫描的红外图像。(C) 标示发现的颗粒 — 根据两片滤膜上的微塑料类型鉴定结果对颗粒进行着色。(E) 基于两个品牌样品中的微塑料鉴定结果生成的自动统计数据

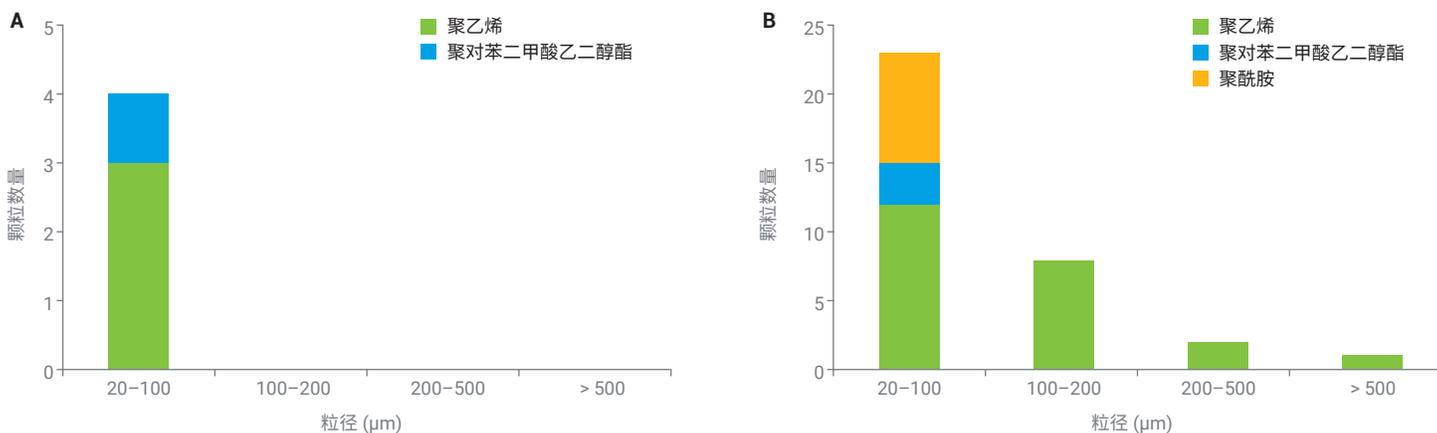


图 6. 使用 Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统在 (A) 品牌 A 和 (B) 品牌 B 样品中鉴定出的颗粒数量、粒径范围及其类型

在两个品牌中，PE 和 PET 微塑料均被鉴定为污染物。品牌 A 有 3 个 PE 颗粒 (75%) 和 1 个 PET 颗粒 (25%)，品牌 B 有 23 个 PE 颗粒 (69%) 和 3 个 PET 颗粒 (9%)，如图 7 所示。此外，品牌 B 显示有 8 个 PA 颗粒污染物 (24%)。另外，在两个样品中均检测到具有高质量指数的非微塑料颗粒 (图 8)。

使用 Cary 630 FTIR 进行微塑料来源研究

如实验部分所述，使用配备钻石晶体 ATR 的 Cary 630 FTIR 光谱仪来研究两个品牌中微塑料的来源。经鉴定，品牌 A 和 B

的瓶子聚合物类型均为 PET，匹配质量指数分别为 0.98027 和 0.97496，如图 9 所示。结果基于用户定义的置信度阈值 (见表 2) 进行颜色标记。而品牌 A 和 B 的瓶盖经鉴定为高密度 PE，匹配质量指数分别为 0.98571 和 0.98914，如图 10 所示。Cary 630 FTIR 光谱仪采用 Agilent MicroLab PC 软件控制，该软件通过可视化界面，指导用户开展从样品引入到报告生成的各个分析步骤 (图 11)。

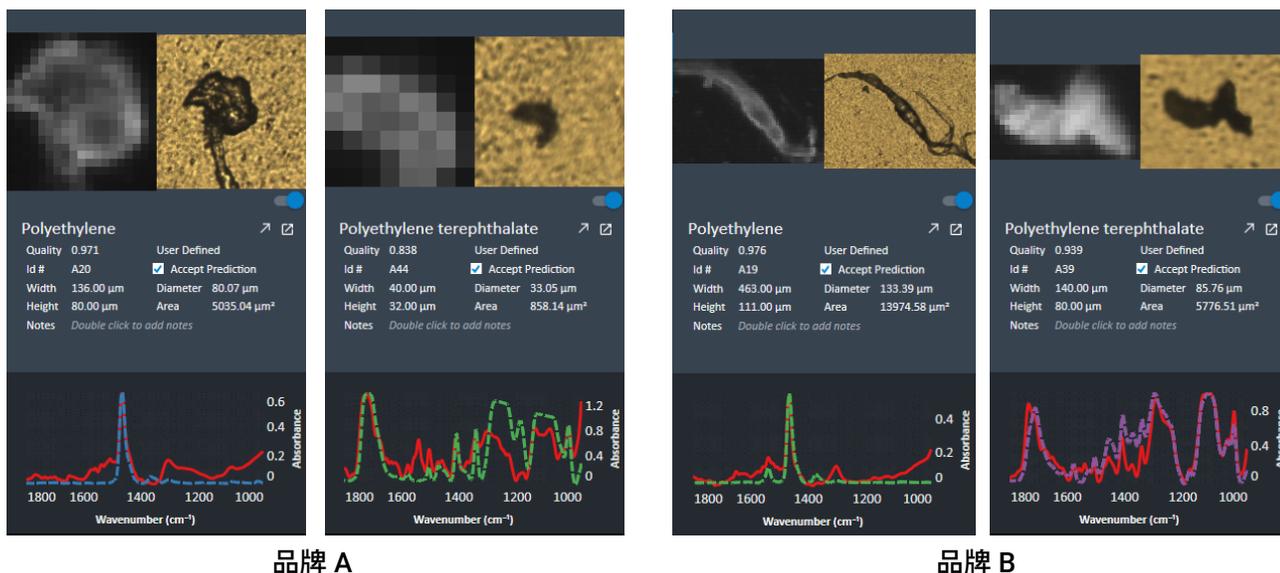


图 7. 在品牌 A 和 B 样品中均鉴定出的微塑料示例 (PE 和 PET)

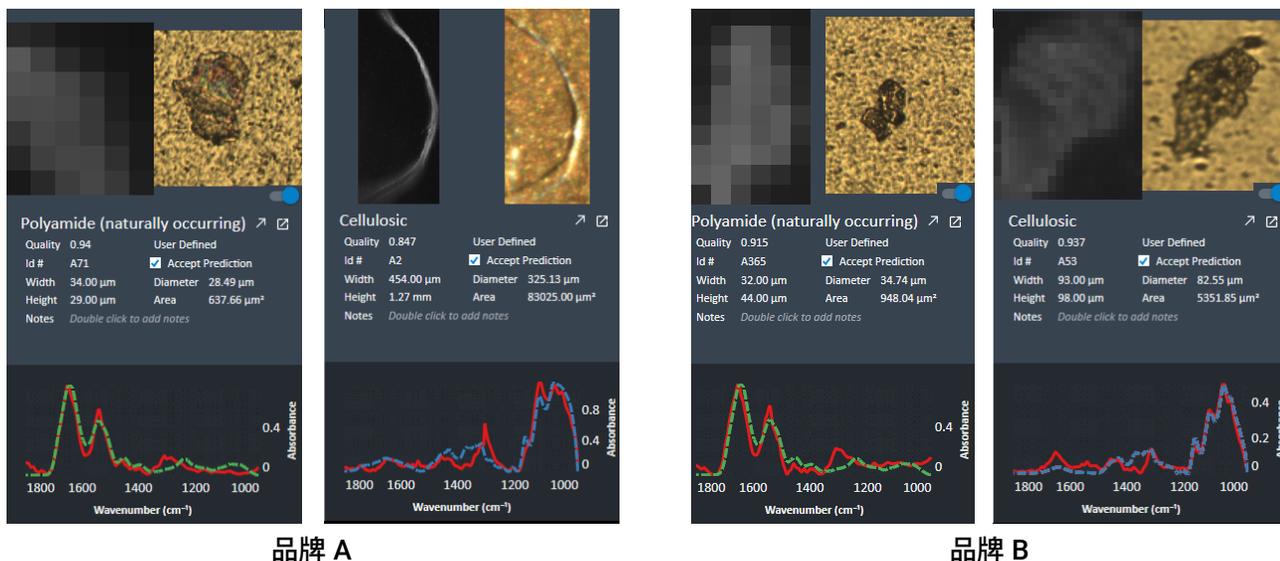


图 8. 在品牌 A 和 B 样品中均鉴定出的非微塑料示例 (天然存在的聚酰胺和纤维素材料)

品牌 A



品牌 B



图 9. 瓶子的 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪定性分析（红色曲线）和谱库匹配（蓝色曲线）。表中显示了匹配质量和所用谱库以及品牌 A 和 B 的匹配结果名称

品牌 A



品牌 B



图 10. 瓶盖的 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪定性分析（红色曲线）和谱库匹配（蓝色曲线）。表中显示了匹配质量和所用谱库以及品牌 A 和 B 的匹配结果名称



① 开始分析

② 按照图片式向导软件的指导进行操作

③ 即刻获得颜色标记的有指导意义的结果

图 11. 直观的 Agilent MicroLab PC 软件工作流程使 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪可轻松找到答案。图片式向导软件减少了培训需求，同时尽可能降低用户引起错误的风险

两个品牌的瓶子和瓶盖获得的鉴定结果与使用 8700 LDIR 激光红外成像系统获得的数据一致。因此，可以推定两个样品中存在的高含量 PE 可能是打开和盖上水瓶盖造成的。Samandra 等人 (2022)^[6] 也曾报道，这是一种潜在的污染来源。无法鉴定 PA 的可能来源，但其很可能来自瓶子包装、水源或样品萃取过程中发生的污染。应开展进一步研究以确定其实际来源。

结论

使用 Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统的滤膜分析功能，在品牌 A 和 B 中总共分别检测到 4 个和 33 个匹配质量大于 0.80 的微塑料颗粒。PE 和 PET 是在两个品牌样品中最常检测到的聚合物。对镀金滤膜上的 PET、PE 和非微塑料颗粒实现了高水平的鉴定准确度和置信度。

本研究证明，真空滤膜样品前处理流程和 LDIR 方法实现了高效的微塑料分析并节省了大量时间。直接在滤膜上进行分析的 LDIR 方法所需的样品处理更少，减少了样品污染的可能性，并提供了优异的准确度和更高的样品通量。8700 LDIR 激光红外成像系统的自动化工作流程将有助于准确表征涉及大量样品的不同基质中的微塑料，并提供高样品通量。

此外，Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪可以进行简单的聚合物鉴定分析，为研究微塑料来源提供了一种简单的解决方案。本应用简报展示了 Cary 630 FTIR 在聚合物鉴定方面的灵活性，可以根据应用量身定制采样附件和方法。直观的图片引导式 Agilent MicroLab PC 软件便于快速学习掌握，减少了培训需求和操作人员错误，并且可以轻松应用于研究各种基质中微塑料的来源。

参考文献

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

更多信息

- [Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统](#)
- [Agilent Clarity 软件](#)
- [微塑料技术常见问题解答](#)
- [分析水中的微塑料](#)
- [Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪](#)
- [Agilent MicroLab 软件](#)
- [ATR-FTIR 光谱概述](#)

www.agilent.com/chem/8700-ldir

DE61429752

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，2023
2023年2月2日，中国出版
5994-5616ZHCN

查找当地的安捷伦客户中心：

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

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

