

Agilent 8700 LDIR(Laser Direct Infrared) 화학 이미징 시스템을 사용한 미세 플라스틱의 온필터 분석 모범 사례



서론

일상적인 플라스틱 제품은 사용, 마모, 풍화 또는 부적절한 폐기물 처리를 거치면서 작은 조각과 입자로 분해될 수 있습니다. 직경이 1~5mm 크기인 플라스틱 입자를 흔히 미세 플라스틱이라고 합니다. 이러한 작은 크기의 플라스틱 입자는 환경 어디에나 존재하는 물질이며 세계보건기구(WHO)에서 새로운 오염물질로 간주하고 있습니다.¹ 특히 음용수, 폐수 및 식품에서 미세 플라스틱이 발견됨에 따라 미세 입자가 인체 건강에 미치는 영향에 대한 더 많은 연구가 요구됩니다.²⁻⁵

환경과 먹이 사슬에서 미세 플라스틱의 거동을 이해하려면 다양한 폴리머를 식별, 특성화 및 정량화할 수 있는 정확한 분석법이 필요합니다.⁶ 실험실간 연구(ILS)를 수행하여 전 세계적으로 미세 플라스틱 분석법을 표준화하기 위한 노력이 이루어지고 있습니다. 그러나 지금까지 ILS의 결과는 상당한 차이를 보이고 있는데, 품질 보증 절차의 일관성 없는 사용을 포함한 분석법의 차이가 그 이유 중 하나로 지목됩니다.^{7,8}

미세 플라스틱을 정확하고 재현성 있게 분석하려면 특정한 실용적 측면을 고려해야 합니다. 이 백서에서는 **Agilent 8700 LDIR 화학 이미징 시스템**(그림 1)을 사용하여 정확한 온필터 미세 플라스틱 분석을 수행하기 위한 모범 사례를 설명합니다.

여과 전: 시료 오염 최소화

정확한 미세 플라스틱 분석을 위해서는 실험실 환경의 잠재적 오염을 통제해야 합니다.⁸ 이 섹션에서는 다양한 오염원(예: 공기의 질, 신체 보호 장비 및 유리 제품)과 실용적 조치를 통해 오염을 최소화하는 방법을 설명합니다.

- 공기 순도를 최대화하고 공기 중 오염물질의 수준을 최소화하려면 실험실의 공기 흐름을 제어해야 합니다
- 시료 전처리/여과는 층류 워크플로우(훅 후드)에서 수행해야 합니다

- 실험복에 있는 오염물질(보풀 등)을 쉽게 식별할 수 있도록 면 등의 천연 소재나 입자가 없는 소재로 만든 실험복이 권장됩니다. 테이프 롤러를 사용하여 의류에서 작은 섬유 조각을 제거하여 오염을 최소화할 수 있습니다
- 일회용 실험실 장갑은 잠재적인 오염원(예: 라텍스 장갑의 스테아레이트)이기 때문에 안전을 위해 필요한 경우가 아니면 착용하지 않아야 합니다
- 분석 작업자는 손을 깨끗이 씻고 스킨 크림과 화장품 사용을 피하며 머리카락을 관리함으로써 오염을 최소화할 수 있습니다
- **Sigma-Aldrich 진공 여과 어셈블리**와 같은 진공 여과 장치를 설정하기 전에 모든 유리 제품과 훅 후드를 철저히 청소해야 합니다. 실험실의 세척 프로토콜에 따라 고순도 물 또는 고순도 에탄올(EtOH)을 사용합니다
- 세척, 행굼 장비 또는 시료 전처리에 사용되는 물의 품질을 블랭크 분석으로 확인하여 물 오염 수준을 추정하거나 특성화해야 합니다. 오염물질에는 셀룰로오스 및 자연 발생 폴리아미드(동물 및 식물 섬유)와 같은 미세 플라스틱 및 비 미세 플라스틱이 포함됩니다



그림 1. Agilent 8700 LDIR 화학 이미징 시스템 및 모니터에 Agilent Clarity 소프트웨어 입자 분석 워크플로가 나와 있는 모습.

여과 중: 시료 평탄도 및 최상의 필터 처리 보장

정확한 미세 플라스틱 분석, 특히 입자 검출을 위한 시료 여과, 필터 취급 및 필터 홀더 사용에 대한 모범 사례가 설명되어 있습니다.

이상적으로는 8700 LDIR로 분석하기 위해 미세 플라스틱 시료를 준비할 때 필터의 국부적인 3 x 3mm 영역에서 표면 형상의 높이 차이가 10µm를 넘지 않아야 합니다. 그러나 시료의 표면 높이 차이가 최대 50µm여도 허용 가능한 결과를 생성할 수 있습니다.

1. 시료는 깨끗한 유리 용기에 보관해야 합니다. 플라스틱 용기와 피펫은 피해야 합니다.
2. 유리 제품은 고순도 물로 말끔하게 세척하고 알루미늄 호일로 덮어 실험실 환경에서 유입되는 오염을 막아야 합니다.
3. 필터(그림 2)는 깨끗한 용기에 보관하여 실험실 환경에서 유입되는 오염의 위험을 줄여야 합니다. 필터 상자는 필터가 필요할 때만 개봉해야 합니다. LDIR 분석에 사용되는 필터 사양의 예는 **Sterlitech**에서 확인할 수 있습니다.
4. 금도금 필터는 민감하기 때문에 필터를 조심스럽게 다루어야 합니다. 제공된 핀셋을 사용하여 필터를 여과대로 옮깁니다(그림 2). 손상된 필터는 사용하지 말고 필터를 재사용하지 않습니다.

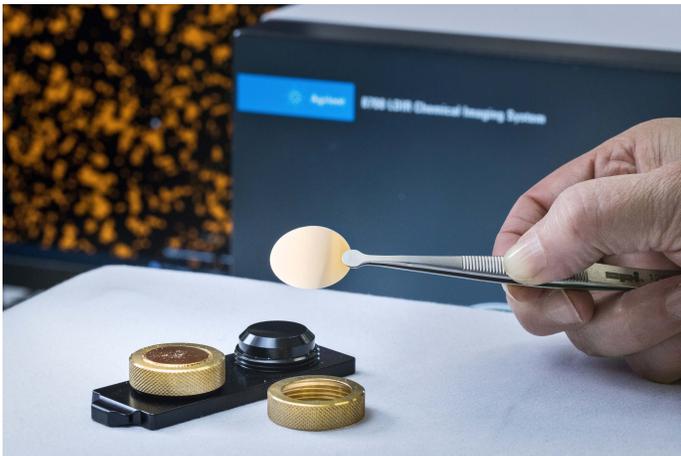


그림 2. LDIR 필터 홀더 및 폴리에스터 금 코팅 멤브레인 필터(PETG), 공극 크기 0.8µm, 100/0nm(상단/하단) 코팅, 직경 25mm.

5. 필터의 손상이나 변형을 방지하려면 다음 단계를 따르십시오.
 - a. 필터를 여과대 지지체 위에 놓습니다(그림 3, 이미지 1).
 - b. 진공을 켜고 700mbar(-30kPa)의 가벼운 진공 압력으로 조정합니다.
 - c. 마지막으로, 깔때기를 놓고 클램프로 진공 여과 어셈블리를 고정합니다(그림 3, 이미지 2 및 3). 또는 금 필터를 고순도 EtOH에 담근 다음 진공 압력을 가하기 전에 진공 여과 장치로 옮길 수 있습니다.
6. 여과대 지지체는 거칩니다(프릿 유리). 필터 아래에 실리카 입자가 묻어나는 것을 방지하려면 사용하기 전에 EtOH로 표면을 닦습니다. 또는 셀룰로오스 패드를 필터의 지지면으로 사용할 수 있습니다. 부드러운 재질로 만든 여과대를 사용할 수도 있습니다(예: 스테인리스 스틸 지지 스크린 또는 PTFE 개스킷). 필터 지지 재료의 예는 Sterlitech에서 제공합니다.
7. 시료 여과가 완료되면(그림 3, 이미지 4) 깔때기를 제거하고 진공을 끈 다음, 필터를 실온에서 약 2분 동안 건조시킵니다.
8. 필터가 충분히 건조되면 다음 단계에 따라 필터 홀더로 옮길 수 있습니다.
 - a. 진공 여과 장치 옆에 필터 홀더를 보관합니다(그림 3, 이미지 5).
 - b. 필터 홀더에서 황동 고정 링을 제거합니다.
 - c. EtOH로 필터 홀더의 상승된 플랫폼을 청소하여 스테이지에 있을 수 있는 입자를 제거합니다. 이러한 입자가 있으면 필터에 용기가 생겨 샘플의 평탄도에 영향을 줄 수 있습니다.
 - d. 핀셋으로 유리 제품에서 필터를 조심스럽게 제거하고 상승된 플랫폼 위에 필터를 부드럽게 놓습니다. 핀셋을 사용하여 필터를 중앙에 맞출 수 있습니다.
 - e. 황동 고정 링을 다시 홀더에 천천히 끼웁니다(그림 3, 이미지 6).
 - f. 황동을 조여 필터를 제자리에 고정하고 필터를 평탄하게 유지합니다.
9. 실험실 환경으로부터 오염 위험을 최소화하기 위해 시료(필터)를 덮어야 합니다.
10. 필터 홀더에는 I 및 II 레이블이 명확하게 표시되어 있습니다. 하나의 필터만 측정하는 경우 위치 II가 아닌 위치 I에 배치해야 합니다. 두 개의 필터를 측정하는 경우 두 필터는 동일한 재료로 만들어져야 합니다. 금도금 필터와 은 필터는 같은 필터 홀더에 넣지 않아야 합니다.



그림 3. 시료 여과 장비 및 LDIR 온필터 분석을 위한 시료 전처리 단계.

여과 후: 고품질 결과 실현

필터가 필터 홀더에 로드되면 홀더를 8700 LDIR에 삽입할 수 있습니다(그림 4). 시료 홀더를 기울이지 마십시오.



그림 4. Agilent 8700 LDIR 화학 이미징 시스템에 시료를 넣습니다.

Clarity 기기 제어 소프트웨어를 사용하여 정확하고 효율적인 미세 플라스틱 분석을 보장하려면 다음 사항을 고려하십시오.

- 어떤 유형이던 분석을 시작하려면 필터 홀더 내의 가장 높은 지점, 이상적으로는 필터 중앙의 빈 영역에 초점을 맞춥니다
- 자동화된 입자 분석 워크플로를 실행하기 전에 전체 필터 영역을 포괄하는 $1,442\text{cm}^{-1}$ ($5\mu\text{m}$ 픽셀 크기)에서 피크 분석을 수행하는 것이 좋습니다. 스캔 데이터를 사용하여 시료가 과도하게 로드되었는지 확인하고 분석할 최적의 필터 영역을 쉽게 선택할 수 있습니다
- 입자 분석 워크플로를 통해 사용자가 지정한 시료 영역 내에서 모든 입자가 자동으로 검출되고 각 입자 주위에 경계가 그려집니다. Clarity 소프트웨어는 선택한 영역이 평탄도 임계값을 충족하지 않는 경우 경고를 표시합니다(선택한 영역 내의 모든 입자가 검출되도록 하려면 평탄도가 필요함). 경고가 표시되어도 입자 분석 워크플로가 계속 진행됩니다. 그러나 데이터가 보고되지 않으므로 시료를 다시 넣거나 다시 준비해야 합니다
- 입자 분석 워크플로 내에서 자동 스캔이 활성화된 경우 소프트웨어는 전체 분석을 자동으로 수행합니다. 사용자가 직접 발견된 입자를 미리 보고, 입자 크기 또는 감도를 조정하고, 입자를 포함하거나 제외하려면 자동 스캔을 비활성화해야 합니다
- 자동 스캔 모드에서는 각 입자에 대한 시각 이미지가 자동으로 수집됩니다. 이 고배율 이미지는 입자 크기 측정의 정확도를 향상시키는 데 사용됩니다. 사용자는 이 옵션을 비활성화하고 각 입자에 대해 생성된 적외선 이미지의 입자 크기 데이터를 사용하여 분석 속도를 높일 수 있습니다
- 입자 분석 워크플로에는 입자 감도 슬라이더가 포함되어 있습니다. 감도를 높이면 스캔 영역에서 더 작고 희미한(낮은 흡광도) 입자가 검출됩니다. 감도 설정은 입자 분석 워크플로에서 자동으로 조정됩니다
- 검색 결과 품질은 시료의 스펙트럼이 얼마나 참조 라이브러리와 가깝게 일치하는지를 뜻합니다. 시료에서 미세 플라스틱 식별에 사용되는 분류 범위는 HQI(Hit Quality Index) 점수 시스템을 사용하며, 여기서 점수 1은 최고 품질의 결과를 나타냅니다. 사용자는 데이터 보고 요구 사항에 따라 분류 범위 기준을 조정할 수 있습니다. 분류 범위의 다음 예(즉, “높음”, “중간” 및 “낮음”으로 정의된 스펙트럼 특성화 품질 결정)는 0.65와 0.99 사이의 HQI 점수를 기준으로 합니다
 - 낮은 신뢰도 0.65 ~ 0.75
 - 중간 신뢰도 0.75 ~ 0.85
 - 높은 신뢰도 0.85 ~ 0.99
 - 범위를 벗어나는 모든 입자, 즉 <math><0.65</math>인 입자는 정의되지 않은 것으로 분류됩니다
- 입자 분석 워크플로의 기본 설정은 최소 크기가 $20\mu\text{m}$ 인 입자를 특성화(보증 사양)하는 것으로 간주합니다. 사용자는 검출할 최소 크기를 변경하고 결과를 수동으로 확인할 수 있습니다
- 분석이 수행되면 필터를 페트리 접시로 옮기고 뚜껑을 덮어 보관해야 합니다

데이터 처리 및 보고

시료가 8700 LDIR 시스템을 사용하여 분석되면 Clarity 소프트웨어가 자동으로 분석 작업자에게 다음과 같은 통계 데이터를 제공합니다.

- 검출된 총 입자의 수
- 식별 및 미식별 입자의 총 수
- 각 크기 구간 내의 총 입자 수
- 식별된 각 입자에 대한 폴리머 유형
- 식별된 입자의 통계적 개요 - 각 입자의 식별 결과에 따라 색상으로 구분됩니다
- 크기 범위
- 검출된 각 입자에 대한 적외선 및 고배율 가시 이미지

Clarity 소프트웨어는 그림 5와 같이 분석된 모든 입자에 대한 모든 관련 정보를 포함한 전체 보고서를 생성합니다. 이 데이터는 추가적인 통계 분석에 사용할 수 있습니다.

미세 플라스틱의 분석 결과는 분석 작업자의 요구 사항과 분석 목적에 따라 보고할 수 있습니다. 미세 플라스틱 데이터 보고 기술의 두 가지 예는 다음과 같습니다.

- 모든 비 미세 플라스틱 입자(예: 천연 폴리아미드, 스테아레이트, 셀룰로오스 물질, 탄산염 등)를 제외하고 선택된 HQI 기준에 따라 다른 모든 입자(미세 플라스틱 입자)를 보고합니다. 실험실은 다른 재료의 간섭을 받는 폴리머를 수동으로 검증하는 방법을 고려해야 합니다
- 선택한 HQI 기준에 따라 검출된 모든 입자(미세 플라스틱 및 비미세 플라스틱)를 보고서에 포함합니다. 이 보고 방법은 미세 플라스틱/비 미세 플라스틱의 비율을 연구하거나 품질 보증(예: 공기 중 비 미세 플라스틱의 존재, 물 블랭크 및 오염 통제)에 사용할 수 있습니다

FTIR을 사용한 보완적 분석

시료에서 발견된 미세 플라스틱의 잠재적 출처를 추가로 조사하기 위해 다이아몬드 ATR 모듈이 있는 Agilent Cary 630 FTIR 분광기를 사용하여 더 큰 플라스틱 조각(최소 약 2mm)을 분석하고 식별할 수 있습니다(그림 6).



그림 6. Agilent Cary 630 FTIR 분광기는 큰 플라스틱 조각의 출처를 식별하는 데 도움을 줄 수 있습니다.

Agilent MicroLab 소프트웨어는 교육용 그림을 사용하여 샘플링 및 세척 절차를 포함한 분석의 각 단계를 사용자에게 안내합니다. MicroLab 소프트웨어는 자동으로 라이브러리 검색을 수행하고 이해하기 쉬운 결과 표시 형식으로 사용자에게 가장 잘 일치하는 라이브러리 목록을 제공하므로 Cary 630 FTIR로 원하는 답을 얻기가 쉽고 간단합니다.

애일런트는 MicroLab 소프트웨어와 함께 즉시 사용할 수 있는 다양한 응용 분야별 라이브러리를 제공합니다. 또는 MicroLab 소프트웨어에서 특수 스펙트럼 라이브러리를 쉽게 만들고 유지 관리할 수 있습니다.⁹

#	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P
Id	Width (µm)	Height (µm)	Diameter (µm)	Aspect Ratio	Area (µm ²)	Perimeter (µm)	Eccentricity	Circularity	Solidity	Identification	Notes	Match Type	Quality	Is Valid		
136	A136	32	66	45.22632333	0.483799877	1606.469364	183.4010314	0.875289104	0.600176193	0.907668		Auto	0.989182309	true		
1187	N160	30	25	29.04343641	1.2	662.5	95.35533845	0.593723077	0.915599871	1		Auto	0.988142941	true		
1457	P9	84	46	44.48404777	1.811320484	1554.169845	464.5337838	0.67340319	0.090505242	0.511458		Auto	0.986195172	true		
1058	N31	45	109	66.69425946	0.409728698	3493.548612	295.2764086	0.892176977	0.503522817	0.8869		Auto	0.984782141	true		
1366	N339	15	35	22.56758334	0.428571429	400	88.28427076	0.800696062	0.644916053	0.941176		Auto	0.984609453	true		
722	B10	43	84	44.55184594	0.514751476	1558.910878	336.0091002	0.765732289	0.173511823	0.531656		Auto	0.984072136	true		
635	A635	20	25	22.21216612	0.8	387.5	75.35533845	0.57691853	0.857538291	0.96875		Auto	0.983210414	true		
1039	N12	124	117	114.7050223	1.064931471	10333.67382	474.5188353	0.710734849	0.576710291	0.859654		Auto	0.982491071	true		
1033	N6	199	127	140.5186246	1.565273437	15508.06675	630.4570881	0.608798103	0.490293868	0.829895		Auto	0.981200019	true		
1788	Z9	54	43	33.09729244	1.251956148	860.3493127	402.5195673	0.681442654	0.066728396	0.495013		Auto	0.979425796	true		
16	A16	162	282	196.3089538	0.57290026	30267.0503	1393.702997	0.831195256	0.195812086	0.803308		Auto	0.979344044	true		
385	A385	23	48	27.92595963	0.491803282	612.5	143.6396092	0.847632573	0.373050415	0.662162		Auto	0.976482834	true		
852	G4	157	217	182.5185397	0.726839294	26163.98264	701.2129183	0.729164188	0.668673173	0.929609		Auto	0.974727215	true		

그림 5. 입자 분석 워크플로의 마지막에 Agilent Clarity 소프트웨어가 생성한 보고서 모습.

참고 문헌

1. World Health Organization, Dietary and Inhalation Exposure to Nano- and Microplastic Particles and Potential Implications for Human Health, accessed November **2022**. <https://www.who.int/publications/i/item/9789240054608>
2. Zhang, Q. *et al.* A Review of Microplastics in Table Salt, Drinking Water, and Air: Direct Human Exposure. *Environ. Sci. Technol.* **2020**, 54(7), 3740–3751. <https://doi.org/10.1021/acs.est.9b04535>
3. Conley, K. *et al.* Wastewater Treatment Plants as a Source of Microplastics to an Urban Estuary: Removal Efficiencies and Loading per Capita Over One Year. *Water Res X* **2019**, 10(3), 100030. <https://doi.org/10.1016/j.wroa.2019.100030>
4. Kadac-Czapska, K.; Knez, E.; Grembecka, M. Food and Human Safety: the Impact of Microplastics. *Critical Reviews in Food Sci. and Nutrition*, **2022**, 17, 1–20. <https://doi.org/10.1080/10408398.2022.2132212>
5. Lim X. Microplastics Are Everywhere - But Are They Harmful? *Nature* **2021**, 593(7857), 22–25. doi: 10.1038/d41586-021-01143-3. PMID: 33947993
6. Van Mourik, L. M. *et al.* Results of WEPAL-QUASIMEME/NORMANs First Global Interlaboratory Study on Microplastics Reveal Urgent Need for Harmonization. *Sci. of the Total Environ.* **2021**, 10, 772:145071. doi: 10.1016/j.scitotenv.2021.145071
7. Belz, S. *et al.* Current Status of the Quantification of Microplastics in Water - Results of a JRC/BAM Inter-Laboratory Comparison Study on PET in Water, EUR 30799 EN, *Publications Office of the European Union*, Luxembourg, **2021**. ISBN 978-92-76-40958-8, doi:10.2760/6228, JRC125383
8. 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, 5969–5994. <https://doi.org/10.1007/s00216-021-03498-y>
9. Alwan, W.; Robey, D. Characterization of Microplastics in Environmental Samples by Laser Direct Infrared Imaging and User-Generated Libraries, *Agilent Technologies application note*, publication number 5994-4822EN, **2022**.

추가 정보

- Agilent 8700 LDIR 화학적 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

DE17468476

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2023
2023년 1월 17일 한국에서 발행
5994-5467KO

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

 **Agilent**
Trusted Answers