

使用 Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统对微塑料进行滤膜分析的最佳实践



前言

日常的塑料制品因使用、磨损、风化或废物处置不当，会降解成较小的碎片和颗粒。直径 1–5 mm 的塑料颗粒通常被称为微塑料。这些小粒径塑料颗粒广泛存在于环境中，被世界卫生组织视为新型污染物^[1]。需要更多的研究来了解微粒对人类健康的影响，尤其是已经在饮用水、废水和食品中发现了微塑料的情况下^[2–5]。

要了解微塑料在环境和食物链中的行为，需要使用能够鉴定、表征和定量不同聚合物的准确方法^[6]。研究人员正在努力开展实验室研究 (ILS)，以期在全球范围内实现微塑料分析方法的标准化。然而到目前为止，ILS 的结果表现出明显差异，部分原因是方法的不同，包括使用的质量保证程序不一致^[7,8]。

为了实现准确、可重现的微塑料分析，应该考虑某些实际因素。本白皮书介绍了使用 **Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统**进行准确的微塑料滤膜分析的最佳实践（图 1）。

抽滤前：尽可能减少样品污染

为了确保微塑料分析的准确性，应控制来自实验室环境的潜在污染^[8]。本节介绍了多种污染源（如空气质量、个人防护设备和玻璃器皿），以及如何通过实际的操作步骤尽可能减少污染。

- 必须控制实验室中的气流，大幅提高空气纯净度并降低空气污染物水平
- 应在层流罩工作流程（通风橱）中进行样品前处理/抽滤

- 推荐使用天然材料（如棉花）或无颗粒材料制成的实验服，以便轻松识别来自实验服的污染物（如线头）。可以使用粘毛器去除衣物上的细小纤维，尽可能减少污染
- 一次性实验手套是一个潜在的污染源（例如乳胶手套中的硬脂酸盐），除非出于安全需要，否则不应佩戴
- 分析人员可以通过彻底清洁双手、束发，避免使用护肤霜和避免化妆来减少污染
- 在设置真空抽滤装置（如 **Sigma-Aldrich 真空抽滤组件**）之前，必须彻底清洁所有玻璃器皿和通风橱。按照实验室的清洁方案使用高纯度水或高纯度乙醇 (EtOH)
- 对于用于清洁、冲洗设备或样品前处理的水，应通过分析空白来评估或表征水的污染水平，确保其质量。污染物包括微塑料和非微塑料，如纤维素和天然存在的聚酰胺（动物和植物纤维）



图 1. Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统，显示器中为 Agilent Clarity 软件颗粒分析工作流程的截屏

抽滤过程中：确保样品的平整度并妥善操作滤膜

本节介绍了关于样品抽滤、滤膜处理和滤膜支架使用的最佳实践，旨在实现准确的微塑料分析，特别是颗粒检测。

理想情况下，在处理微塑料样品以备 8700 LDIR 分析时，滤膜 3×3 mm 局部区域内表面形貌的高度差不应超过 $10 \mu\text{m}$ 。但是，样品也可能具有高达 $50 \mu\text{m}$ 的表面高度差，但仍能获得可接受的结果。

1. 样品应保存在干净的玻璃容器中。应避免使用塑料容器和移液器
2. 应使用高纯度水彻底清洁玻璃器皿，并用铝箔盖住，避免实验室环境的污染
3. 滤膜（图 2）应保存在洁净的容器中，降低被实验室环境污染的风险。只有在需要滤膜时才能打开滤膜盒。可从 **Sterlitech** 获取用于 LDIR 分析的滤膜规格示例
4. 镀金滤膜非常脆弱，需要小心处理。使用提供的镊子将滤膜转移到抽滤杆上（图 2）。不得使用损坏的滤膜，也不可重复使用滤膜

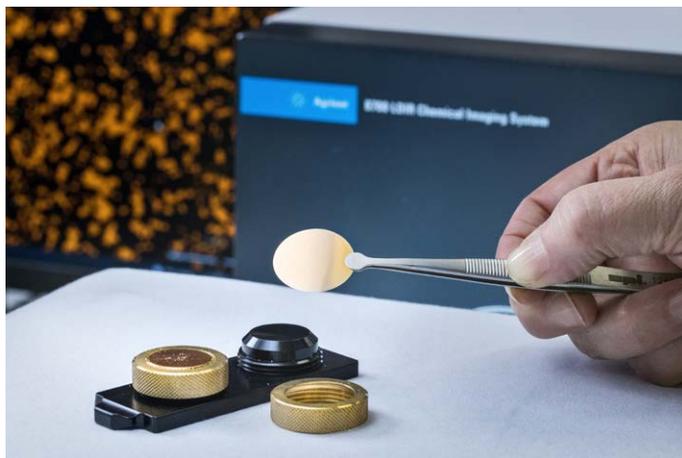


图 2. LDIR 滤膜支架和聚酯镀金滤膜 (PETG)， $0.8 \mu\text{m}$ 孔径， $100/0 \text{ nm}$ （上/下）涂层， 25 mm 直径

5. 为了避免滤膜损坏或变形，建议执行以下操作：
 - a. 将滤膜放置在抽滤杆支撑材料上（图 3，图片 1）
 - b. 打开真空，调节至 700 mbar (-30 kPa) 的温和真空压力
 - c. 最后放置漏斗，用夹子固定真空抽滤组件（图 3，图片 2 和 3）。另外，可以将镀金滤膜浸泡在高纯度乙醇中，然后在施加真空压力之前转移到真空抽滤装置中
6. 抽滤杆支撑材料为粗晶（砂芯玻璃）。为了避免滤膜下方捕获二氧化硅颗粒，在使用前用乙醇擦拭表面。或者可以将纤维素垫用作滤膜的支撑表面。也可以使用由更光滑的材料制成的抽滤杆（例如，不锈钢支撑筛网或 PTFE 垫片）。可从 Sterlitech 获取滤膜支撑材料示例
7. 完成样品抽滤后（图 3，图片 4），取下漏斗，关闭真空，让滤膜在室温下干燥约 2 分钟
8. 滤膜充分干燥后，通过以下步骤可以将其转移到滤膜支架：
 - a. 将滤膜支架放在真空抽滤装置的旁边（图 3，图片 5）
 - b. 从滤膜支架上卸下黄铜固定环
 - c. 用乙醇清洁滤膜支架的凸起平台，去除平台上任何可能导致滤膜产生隆起，从而影响样品平整度的颗粒
 - d. 使用镊子小心地从玻璃器皿中取出滤膜，然后轻轻地将其放在凸起的平台上。可使用镊子让滤膜居中
 - e. 慢慢地将黄铜固定环拧回支架上（图 3，图片 6）
 - f. 拧紧黄铜固定环，将滤膜固定到位并保持滤膜平整
9. 应盖住样品（滤膜），尽可能降低被实验室环境污染的风险
10. 滤膜支架带有明确的 I 和 II 标记。如果只测量一个滤膜，应将其放在位置 I，而不是位置 II。如果测量两个滤膜，它们应由相同的材料制成。镀金滤膜和银滤膜不应放在同一个滤膜支架上



图 3. 样品抽滤装置及用于 LDIR 滤膜分析的样品前处理步骤

抽滤后：获得高质量结果

将滤膜装入滤膜支架后，即可将支架插入 8700 LDIR（图 4）。请勿倾斜样品支架。



图 4. 将样品插入 Agilent 8700 LDIR 激光红外成像系统

为了确保使用 **Clarity 仪器控制软件** 实现准确、高效的微塑料分析，需要考虑以下几点：

- 任何类型的分析前都应聚焦在滤膜支架内的最高点，理想部位是滤膜中心的空区域
 - 在运行自动化颗粒分析工作流程之前，建议在 1442 cm^{-1} ($5\text{ }\mu\text{m}$ 像素分辨率) 处进行覆盖整个滤膜区域的峰分析。扫描数据可用于检查样品是否过载，并帮助选择理想的滤膜分析区域
 - 颗粒分析工作流程会自动检测用户定义的样品区域内存在的所有颗粒，并在每个颗粒周围绘制边界。如果所选区域不满足平整度阈值，Clarity 软件会显示警告（要求平整是为了确保能够检出所选区域内的所有颗粒）。如果发出警告，颗粒分析工作流程仍将继续。但不应报告数据，应重新插入或重新制备样品
- 如果启用颗粒分析工作流程中的自动扫描，软件将自动执行完整的分析。如果用户希望预览发现的颗粒，调整粒径或灵敏度，包含或排除颗粒，则应禁用自动扫描
 - 自动扫描功能将自动收集每个颗粒的可视图像。这种高放大倍率图像用于提高粒径测量的准确度。用户可以通过禁用该选项，并使用为每个颗粒生成的红外图像中的粒径数据来加快分析速度
 - 颗粒分析工作流程包含一个颗粒灵敏度滑块。提高灵敏度将能检测到扫描区域中更小和更暗（吸光度较低）的颗粒。在颗粒分析工作流程中，将自动调整灵敏度设置
 - 匹配质量描述了样品光谱与参比谱库中光谱的匹配程度。用于鉴定样品中微塑料的分类范围使用匹配质量指数 (HQI) 评分系统，其中 1 分代表最高质量的结果。用户可以根据各自的数据报告要求调整分类范围标准。以下为 HQI 得分在 0.65–0.99 之间的分类范围示例（即将光谱匹配质量表征结果定义为“高”、“中”和“低”）：
 - 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（即置信度 < 0.65 ）都归类为不明确
 - 颗粒分析工作流程的默认设置为对粒径最小为 $20\text{ }\mu\text{m}$ 的颗粒进行表征（保证规格）。用户可以更改要检测的最小粒径，并手动检查结果
 - 分析完毕后，将滤膜转移到皮氏培养皿中，加盖保存

数据处理和报告生成

使用 8700 LDIR 系统完成样品分析后，Clarity 软件会自动为分析人员提供以下统计数据：

- 检出颗粒总数
- 已鉴定和未鉴定的颗粒总数
- 每个粒径范围内的颗粒总数
- 已鉴定的每个颗粒的聚合物类型
- 已鉴定颗粒的统计概览 — 根据每个颗粒的鉴定结果进行颜色标记
- 粒径范围
- 检测到的每个颗粒的红外和高放大倍率可视图像

Clarity 软件将生成一份完整的报告，其中包含所有所分析颗粒的全部相关信息，如图 5 所示。该数据可用于进一步的统计分析。

可根据分析人员的要求和分析目的报告微塑料的分析结果。微塑料数据报告技术的两个示例包括：

- 根据选定的 HQI 标准排除所有非微塑料颗粒（例如天然聚酰胺、硬脂酸盐、纤维素材料、碳酸盐等），并报告所有其他颗粒（微塑料颗粒）。实验室应考虑对任何容易受到其他材料干扰的聚合物进行手动验证
- 根据选定的 HQI 标准，在报告中包含检测到的所有颗粒（微塑料和非微塑料）。这种报告方法可用于研究微塑料/非微塑料的比例，或用于质量保证，例如，证明空气、空白水样和污染对照样品中存在非微塑料

#	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	Polypropylene		Auto	0.989182309	true	
1187	N160	30	25	29.04343641	1.2	662.5	95.35533845	0.593723077	0.915599871	1	Polypropylene		Auto	0.988142941	true	
1457	P9	84	46	44.48404777	1.811320484	1554.169845	464.5337838	0.67340319	0.090505242	0.511458	Polypropylene		Auto	0.986195172	true	
1058	N31	45	109	66.69425946	0.409728698	3493.548612	295.2764086	0.892176977	0.503522817	0.8869	Polyvinyl chloride		Auto	0.984782141	true	
1366	N339	15	35	22.56758334	0.428571429	400	88.28427076	0.800696062	0.644916053	0.941176	Polyethylene		Auto	0.984609453	true	
722	B10	43	84	44.55184594	0.514751476	1558.910878	336.0091002	0.765732289	0.173511823	0.531656	Polypropylene		Auto	0.984072136	true	
635	A635	20	25	22.21216612	0.8	387.5	75.35533845	0.57691853	0.857538291	0.96875	Polypropylene		Auto	0.983210414	true	
1039	N12	124	117	114.7050223	1.064931471	10333.67382	474.5188353	0.710734849	0.576710291	0.859654	Polypropylene		Auto	0.982491071	true	
1033	N6	199	127	140.5186246	1.565273437	15508.06675	630.4570881	0.608798103	0.490293868	0.829895	Polycarbonate		Auto	0.981200019	true	
1788	Z9	54	43	33.09729244	1.251956148	860.3493127	402.5195673	0.681442654	0.066728396	0.495013	Polypropylene		Auto	0.979425796	true	
16	A16	162	282	196.3089538	0.57290026	30267.0503	1393.702997	0.831195256	0.195812086	0.803308	Polypropylene		Auto	0.979344044	true	
385	A385	23	48	27.92595963	0.491803282	612.5	143.6396092	0.847632573	0.373050415	0.662162	Polyethylene terephthalate		Auto	0.976482834	true	
852	G4	157	217	182.5185397	0.726839294	26163.98264	701.2129183	0.729164188	0.668673173	0.929609	Polypropylene		Auto	0.974727215	true	

图 5. 颗粒分析工作流程结束时由 Agilent Clarity 软件生成的报告截图

使用 FTIR 进行互补分析

为了进一步研究样品中微塑料的潜在来源，可以使用配备钻石晶体 ATR 附件的 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪对大块塑料（最小约 2 mm）进行分析和鉴定（图 6）。



图 6. Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪可以帮助鉴定大块塑料的来源

Agilent MicroLab 软件通过指示图片引导用户完成分析的各个步骤，包括采样和清洁程序。MicroLab 软件自动执行谱库搜索，并以易于理解的形式向用户提供最佳谱库匹配结果列表，使用户能够通过 Cary 630 FTIR 简单直接地获得答案。

安捷伦提供多种可与 MicroLab 软件配套使用的即用型特定应用谱库。此外，使用 MicroLab 软件也可以轻松创建、维护并管理专用谱库^[9]。

参考文献

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/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. 通过激光红外成像和用户生成的谱库表征环境样品中的微塑料, *安捷伦科技公司应用简报*, 出版号 5994-4822ZHCN, **2022**

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

DE17468476

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1月17日, 中国出版
5994-5467ZHCN

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

