

Agilent 8700 Laser Direct Infrared (LDIR) ケミカルイメージングシステムによる アルミニウムコーティングフィルタ上の マイクロプラスチック分析

コスト効率の高い LDIR 用フィルタを用いた高精度のマイクロプラスチック特性解析性能



著者

Torika Kumanayaka,
Wesam Alwan
Agilent Technologies, Inc.

はじめに

プラスチック廃棄物が自然界に与える長期的な影響について、人々の懸念が高まっています。メディアによる科学研究の報道は、マイクロプラスチックが生態系や人間の健康面に及ぼす潜在的な影響についての認識を高めることに貢献しています。¹新しく現れたこの一種の汚染物質による影響を完全に理解するために、急速に研究が続けられています。

マイクロプラスチックはその生成方法に応じて、一次マイクロプラスチックまたは二次マイクロプラスチックに分類できます。

- 一次マイクロプラスチックは小さなプラスチック粒子であり、家庭排水、産業排水、漏洩物、下水の排出を通じて環境に直接放出されるか、雨水によって間接的に放出されます。
- 二次マイクロプラスチックは、環境中にすでに存在するより大きなプラスチック粒子が断片化して形成されます。断片化は、紫外線 (UV) 照射 (光酸化)、力学的変換 (波による摩耗など)、微生物による生物学的分解によって起こります。これらの小さなプラスチック粒子は、多くが 5 mm 未満のサイズで、世界中の海・川・土壌・大気中に広がっています。

フーリエ変換赤外 (FTIR) 分光分析やラマン分光分析などの振動分光分析技術が、環境サンプル中のマイクロプラスチックを化学的に同定するために一般的に使用されています。これらのメソッドはプラスチック内の化学結合の固有振動モードに依存しており、研究者はさまざまな種類のポリマーを区別できます。しかし、これらの技術は複雑で時間がかかるため、環境サンプルの大規模かつリアルタイムのモニタリング研究では実用性に制限が生じるおそれがあります。

Agilent 8700 Laser Direct Infrared (LDIR) ケミカルイメージングシステムは、イメージングとスペクトル分析に対する革新的なアプローチを採用した代表的な装置です。LDIR は、マイクロプラスチックの同定や、材料の化学的特性解析を必要とするその他のアプリケーションでも役立ちます。LDIR は、量子カスケードレーザー (QCL) 技術と高速スキャン光学機器を採用しているため、効率的かつ高品質なイメージングとスペクトルデータの取得が可能です。

サンプル中に存在する懸濁固形物のレベルに応じて、業界の標準手順書には、マイクロプラスチックの粒子と繊維の同定と定量のための水サンプルの調製に必要な手順が記載されています。²⁻⁴使用する分析技術に関係なく、最終的にはサンプルのろ過ステップが必要になります。このろ過ステップは金コーティングされたフィルタで実施し、その後そのフィルタを 8700 に挿入して LDIR によるマイクロプラスチックの特性解析が行えます。⁵ただし、金コーティングされたフィルタは非常に高価であるため、アルミニウムコーティングされたポリエステルフィルタ (25 mm、100/0 nm コーティング、ポアサイズ 0.8 μm) を代替として評価しました。

この技術概要では、アルミニウムでコーティングされたフィルタ上で正確なマイクロプラスチックの特性解析を実現する際の 8700 LDIR および Agilent Clarity ソフトウェアの性能について概説します (図 1)。この技術概要で議論する属性には次のものがあります。

- アルミニウムコーティングフィルタの使用性と取り扱い
- アルミニウムコーティングフィルタ上の粒子の LDIR による検出
- 粒子カウント、サイズ、同定データの再現性
- 粒子サイズの精度
- 一般的なマイクロプラスチックの同定



図 1. Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムを使用すると、アルミニウムコーティングされたポリエステルフィルタ (25 mm、100/0 nm コーティング、ポアサイズ 0.8 μm) 上のマイクロプラスチックの高速ルーチン分析が可能になります。

アルミニウムコーティング フィルタの使用性と取り扱い

アルミニウムコーティングフィルタはデリケートなため、フィルタの取り扱いには注意が必要です。図 2 に示すように、付属のピンセットを使用してフィルタをろ過システムに移す必要があります。フィルタを所定の位置に配置したら、サンプルをろ過する前にクランプを使用してろ過アセンブリを固定しなければなりません。

ろ過後、フィルタをフィルタホルダの高い位置にあるプラットフォームに置き、真鍮の止め輪を使用して固定します。この手順については、別の文献⁵で詳しく説明されています。

アルミニウムコーティングフィルタは、金コーティングフィルタよりも折れ曲がりにくい性質があります。また、コーティングの剛性が向上したため、フィルタホルダ上での位置決めも容易になります。フィルタのポアサイズとサンプル中のマイクロプラスチック量が、ろ過速度に

直接影響します。無水エタノールの新鮮なサンプルを使用すると、アルミニウムでコーティングされたフィルタ（ポアサイズ 0.8 μm ）と 700 mbar (-30 kPa) の微圧条件で、ろ過速度は毎秒約 1 mL となりました。フィルタの変形は観察されませんでした。



1 付属のピンセットを使ってフィルタを設置します



2 漏斗を置きます



3 ろ過アセンブリをクランプで固定します



4 サンプルをろ過します



5 高い位置のプラットフォームの上にフィルタを置きます



6 真鍮の止め輪で固定します。

図 2. Agilent 8700 LDIR による分析の準備を整えるための、アルミニウムコーティングフィルタ上にマイクロプラスチックサンプルをろ過する装置と手順

アルミニウムコーティング フィルタ上の粒子の検出

アルミニウムコーティングフィルタ上の LDIR の粒子検出能力を、自動および手動メソッドを使用して評価しました。透明なポリスチレン微小球 (20 μm) をエタノール (10 mL) に懸濁しました。次に図 2 で概要を示したように、混合物をアルミニウムコーティングフィルタでろ過しました。

フィルタを LDIR に移し、次のように分析を行いました。

- フィルタの $9 \times 9 \text{ mm}$ の領域を、 $1,442 \text{ cm}^{-1}$ で生成された IR 画像に基づき、LDIR 自動粒子分析ワークフローを使用して分析しました。
- 同じ領域の高倍率可視画像を LDIR によって生成し、粒子数を手動でカウントしました。

図 3 に示すように、自動粒子分析ワークフローを使用すると 31 個の粒子が検出されましたが、高倍率可視画像でカウントされたのは 30 個のみでした。この結果は、アルミニウムコーティングフィルタ上の粒子に対する LDIR の優れた検出能力を示しています。自動化された IR 画像ベースの粒子検出メソッドでは、エラーが発生しやすい可視画像粒子検出メソッドと比較して、実際に存在する粒子の数をより包括的に把握できます。図 3B に示すように、小さな粒子は可視画像による検出が困難です。

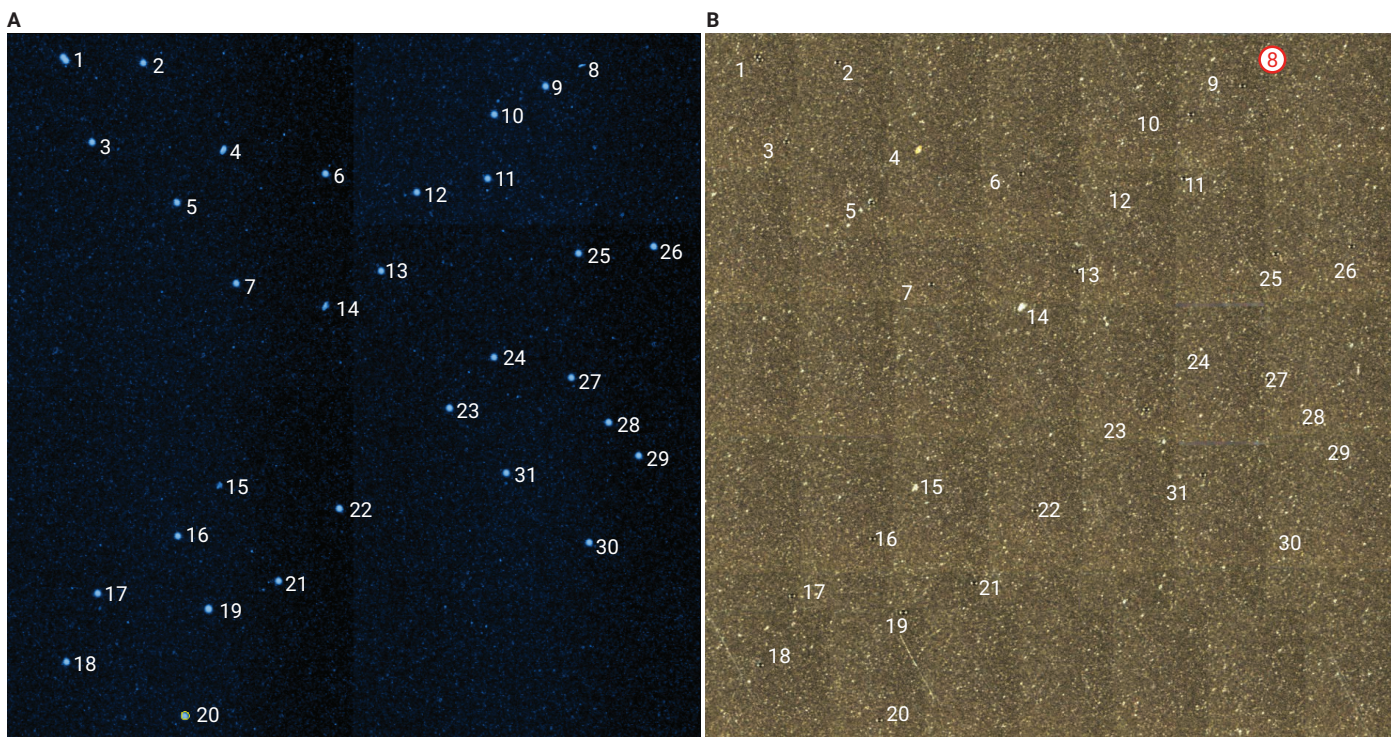


図 3. アルミニウムコーティングフィルタ上の粒子に対する LDIR の検出能力。両方の画像は同じ領域から得られたものです。(A) 自動粒子分析ワークフローによって収集された $1,442 \text{ cm}^{-1}$ の IR 画像。(B) 欠落した粒子 (8 番、赤で強調表示) が位置するはずの場所を示す高倍率の可視画像

粒子カウント、サイズ、同定の再現性

Clarity ソフトウェアに含まれる自動粒子分析ワークフローを使用して、粒子カウント・サイズ・同定の観点からアルミニウムコーティングフィルタおよび LDIR の再現性を評価しました。この評価は、エタノールに懸濁した混合マイクロプラスチック 10 mL をろ過することによって実施しました。直径 9 mm の円形領域で、サンプルを移動せずに合計 10 回の測定を行いました。

合計で平均 407 個の粒子数が検出され、10 回の測定における変動は 1% 未満でした (図 4A)。サイズ範囲とポリマーの同定に基づいた粒子数の再現性は、10 回の分析における変動が 1% 未満であり、同様の性能を示しました (図 4B および 4C)。これらの結果は、LDIR を用いたアルミニウムコーティングフィルタ上でのマイクロプラスチック特性解析の信頼性と精度を示しています。

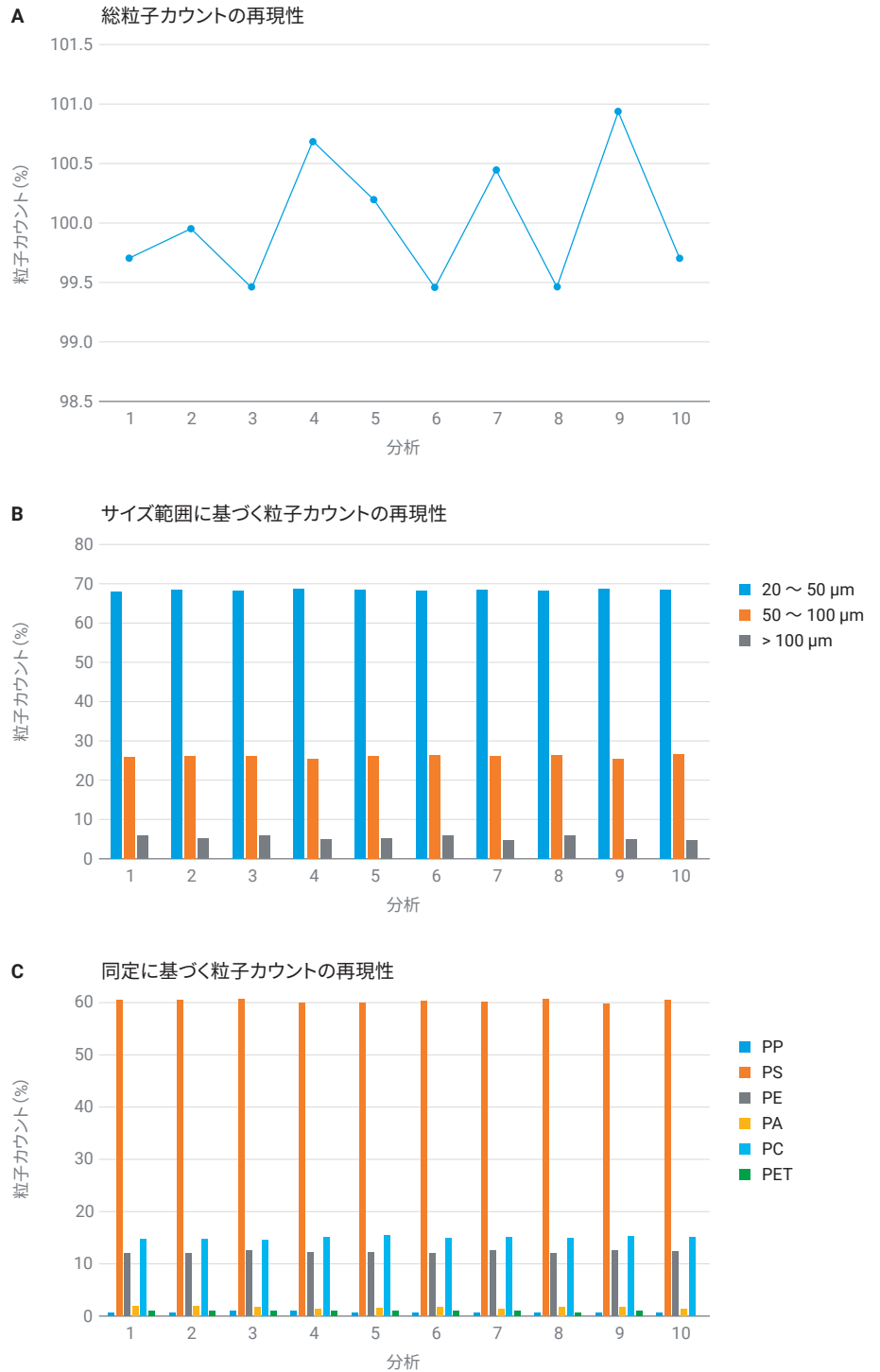


図 4. LDIR 自動粒子分析ワークフローを使用した 10 回の測定に基づく、アルミニウムコーティングフィルタ上の粒子数の再現性。(A) 総粒子カウントの再現性。(B) サイズ範囲に基づく粒子カウントの再現性。(C) 同定に基づく粒子カウントの再現性

粒子サイズの精度

マイクロプラスチック研究において信頼性が高く有意な結果を得るには、正確な粒子径計測が不可欠です。そのため、アルミニウムコーティングフィルタを使用して LDIR により生成された粒子径計測データの精度を評価しました。

米国立標準技術研究所 (NIST) のトレース可能な 50 μm および 20 μm のポリスチレンラテックスビーズの粒子サイズの精度を、アルミニウムコーティングフィルタでテストしました。図 5 に示すように、50 μm ビーズでは、平均サイズ 55.10 μm で 37 個の粒子が検出されました (標準偏差 = 3.67 μm)。一方、20 μm ビーズでは、平均サイズ 22.90 μm で 223 個の粒子が検出されました (標準偏差 = 2.3 μm)。これらの結果は、LDIR 自動粒子分析ワークフローを使用すると、アルミニウムコーティングフィルタで正確な粒子径計測を最小限の変動で実現できることを示唆しています。

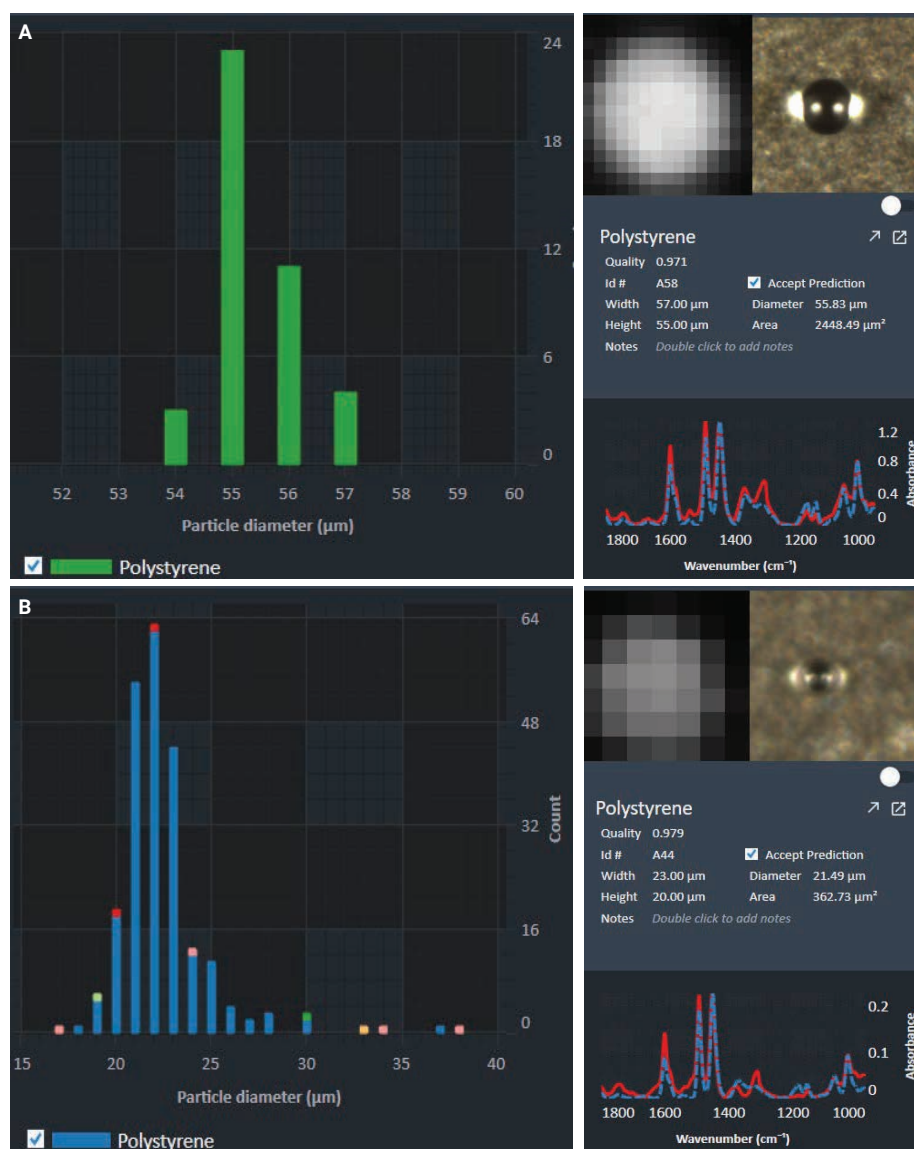


図 5. 自動粒子分析ワークフローを使用したアルミニウムコーティングフィルタ上の LDIR の粒子サイズ精度。
(A) 50 μm および (B) 20 μm の NIST トレース可能ポリスチレンラテックスビーズをテストしました。

一般的なマイクロプラスチックの同定

マイクロプラスチックの同定を支援するために、Clarity ソフトウェアには、ポリマーと天然材料のスペクトルデータを含む LDIR 用高品質マイクロプラスチックライブラリが付属しています。アルミニウムコーティングフィルタを用いた場合の 8700 LDIR マイクロプラスチック同定機能を、最も一般的な 4 種類のポリマー（ポリスチレン、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート）について評価しました。

金属ヤスリを用いてペレットからマイクロ領域のプラスチック材料を作製し、エタノール (10 mL) に懸濁しました。次に図 2 に示すように、真空ろ過ガラス容器を使用して混合物をアルミニウムコーティングフィルタでろ過しました。LDIR により、自動粒子分析ワークフローを使用して、各フィルタ上の選択領域を分析しました。

サンプル中のマイクロプラスチックの同定に使用される分類範囲では、ヒットオリエインデックス (HQI) スコアシステムが使用され、スコア 1 が最高品質の結果を表します。

表 1 と図 6 に示すように、アルミニウムコーティングフィルタを用いて、4 つの主要な種類のマイクロプラスチックを正確に同定することに成功しました。このメソッドの精度は、約 95 ~ 100 % の粒子で 0.8 を超える高い HQI スコアにより裏付けられています。

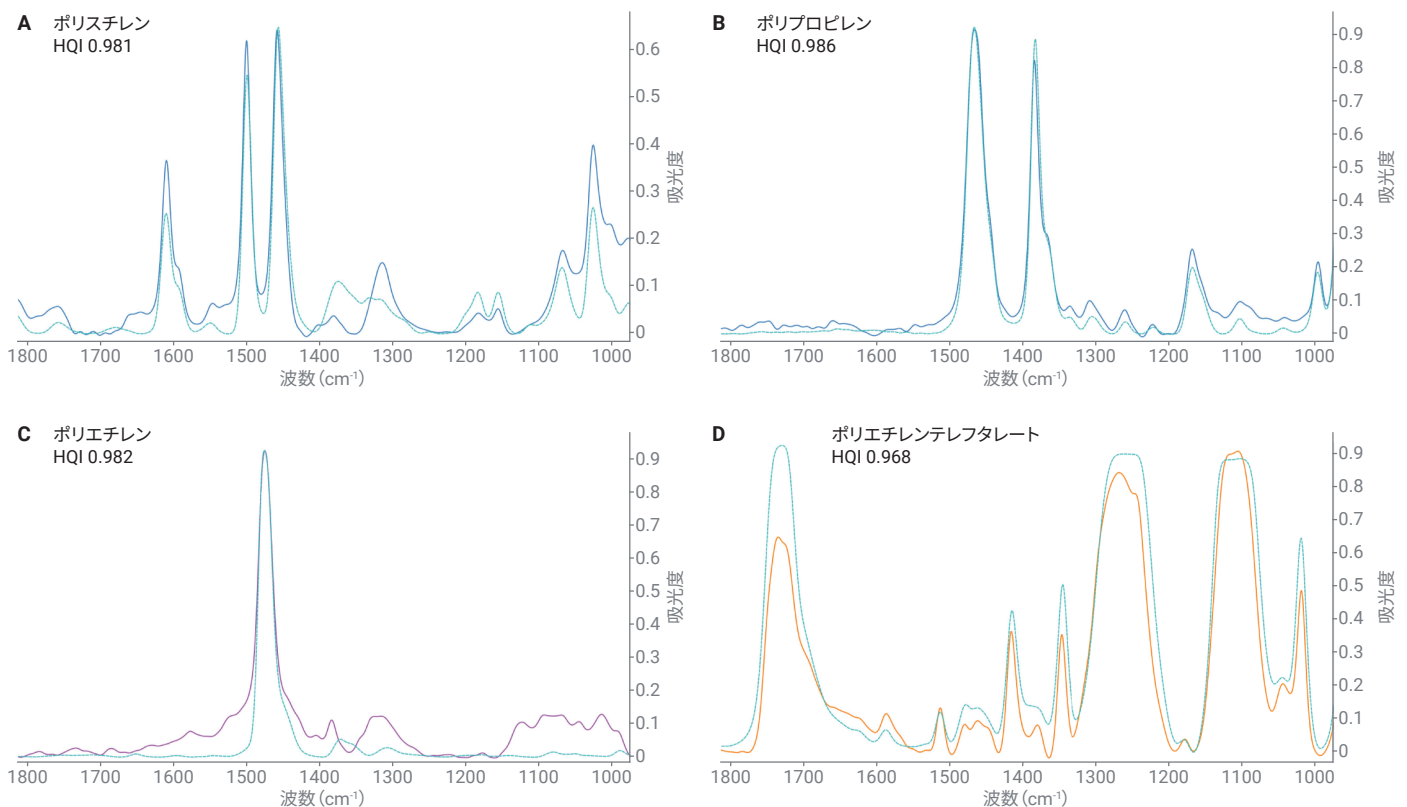
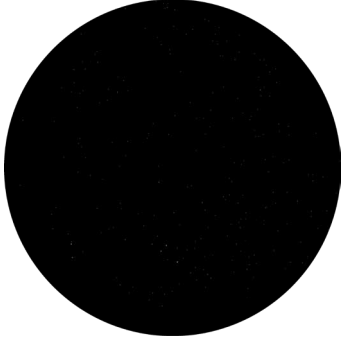


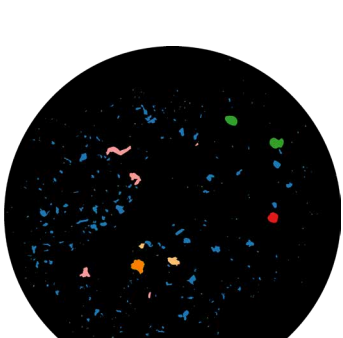


図 6. 自動粒子分析ワークフローを使用して、アルミニウムコーティングフィルタ上で測定された主要な種類のマイクロプラスチックのスペクトルの例。LDIR 取得スペクトルは実線で、一致したライブラリスペクトルは淡緑色の破線で示されています。

表 1. Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムによるアルミニウムコーティングフィルタ上の主な種類のポリマーの同定

ポリマーの種類	検出画像	統計の概要	データ品質
ポリスチレン		<p>20 um PS Beads</p> <p>Library Microplastics Starter 2.0_WA</p> <p>Particles Identifications Statistics Settings</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Highlight particles on image</p> <ul style="list-style-type: none"> <input checked="" type="checkbox"/> Polystyrene 96.1% (219) <input checked="" type="checkbox"/> Polyamide (naturally occurring) 1.8% (4) <input checked="" type="checkbox"/> Cellulosic 0.9% (2) <input checked="" type="checkbox"/> Chitin 0.4% (1) <input checked="" type="checkbox"/> Polyurethane 0.4% (1) <input checked="" type="checkbox"/> Polyethylene 0.4% (1) 	<p>粒子の総数 : 228</p> <p>> 0.8 HQI: 227 (99.56 %)</p> <p>< 0.8 HQI: 1 (0.44 %)</p>
ポリプロピレン		<p>PP</p> <p>Library Microplastics Starter 2.0_WA</p> <p>Particles Identifications Statistics Settings</p> <p><input type="checkbox"/> Highlight particles on image</p> <ul style="list-style-type: none"> <input checked="" type="checkbox"/> Polypropylene 80.8% (80) <input checked="" type="checkbox"/> Cellulosic 6.1% (6) <input checked="" type="checkbox"/> Polyethylene terephthalate 5.1% (5) <input checked="" type="checkbox"/> Polyamide (naturally occurring) 5.1% (5) <input checked="" type="checkbox"/> Chitin 2.0% (2) <input checked="" type="checkbox"/> Polyamide 1.0% (1) 	<p>粒子の総数 : 99</p> <p>> 0.8 HQI: 96 (96.97 %)</p> <p>< 0.8 HQI: 3 (3.03 %)</p>
ポリエチレン		<p>PE</p> <p>Library Microplastics Starter 2.0_WA</p> <p>Particles Identifications Statistics Settings</p> <p><input type="checkbox"/> Highlight particles on image</p> <ul style="list-style-type: none"> <input checked="" type="checkbox"/> Polyethylene 90.9% (219) <input checked="" type="checkbox"/> Polyamide (naturally occurring) 6.6% (16) <input checked="" type="checkbox"/> Rubber 1.2% (3) <input checked="" type="checkbox"/> Polyoxymethylene 0.4% (1) <input checked="" type="checkbox"/> Polypropylene 0.4% (1) <input checked="" type="checkbox"/> Cellulosic 0.4% (1) 	<p>粒子の総数 : 241</p> <p>> 0.8 HQI: 241 (100 %)</p> <p>< 0.8 HQI: 0 (0 %)</p>
ポリエチレンテレフタレート		<p>PET</p> <p>Library Microplastics Starter 2.0_WA</p> <p>Particles Identifications Statistics Settings</p> <p><input type="checkbox"/> Highlight particles on image</p> <ul style="list-style-type: none"> <input checked="" type="checkbox"/> Polyethylene terephthalate 93.9% (324) <input checked="" type="checkbox"/> Polyamide (naturally occurring) 2.6% (9) <input checked="" type="checkbox"/> Acrylonitrile butadiene styrene 1.4% (5) <input checked="" type="checkbox"/> Cellulosic 0.6% (2) <input checked="" type="checkbox"/> Polyurethane 0.6% (2) <input checked="" type="checkbox"/> Polytetrafluoroethylene 0.3% (1) <input checked="" type="checkbox"/> Rubber 0.3% (1) <input checked="" type="checkbox"/> Polyvinyl chloride 0.3% (1) 	<p>粒子の総数 : 345</p> <p>> 0.8 HQI: 330 (95.65 %)</p> <p>< 0.8 HQI: 15 (4.35 %)</p>

結論

Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムを使用したマイクロプラスチックの特性解析に、アルミニウムコーティングされたポリエステルフィルタが適していることが、この検討により実証されました。このフィルタを使用すると、環境サンプルや水サンプルの効率的なサンプル前処理（ろ過）が可能になるだけでなく、金コーティングされたフィルタと比較して大幅なコスト削減が可能になります。

アルミニウムコーティングフィルタにより、粒子検出、粒子カウントの再現性、サイズ精度、同定の点で正確なマイクロプラスチック特性解析を行うことができました。

8700 LDIR を用いたフィルタ上での直接マイクロプラスチック分析は、他の技術と比較してサンプルの取り扱いを最小限に抑え、サンプル汚染の可能性を低減し、サンプルスループットを向上させます。LDIR の自動粒子分析ワークフローは、コスト効率の高いフィルタを使用して、さまざまなマトリックス中のマイクロプラスチックの正確な特性解析を実現します。これらすべての要素により、ラボではサンプルスループットが向上し、より短時間でより多くのサンプルの特性解析ができるようになります。大規模なサンプル研究は、マイクロプラスチック汚染物質が環境と健康に与える影響を完全に理解し、マイクロプラスチック汚染の影響を軽減する戦略の策定に不可欠です。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE54815731

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2023

Printed in Japan, December 5, 2023

5994-6844JAJP

参考文献

1. Gerresten, I. Plastic Pollution is One of the Defining Legacies of Our Modern Way of Life, But It Is Now So Widespread It Is Even Finding Its Way into Fruit and Vegetables As They Grow., BBC, **2023**, accessed November 2023, <https://www.bbc.com/future/article/20230103-how-plastic-is-getting-into-our-food>
2. ASTM D8332, Standard Practice for Collection of Water Samples with High, Medium, or Low Suspended Solids for Identification and Quantification of Microplastic Particles and Fibers, ASTM International, Philadelphia, PA, USA, **2020**, accessed November 2023, <https://www.astm.org/d8332-20.html>
3. ASTM D8333, Standard Practice for Preparation of Water Samples with High, Medium, or Low Suspended Solids for Identification and Quantification of Microplastic Particles and Fibers Using Raman Spectroscopy, IR Spectroscopy, or Pyrolysis-GC/MS, ASTM International, Philadelphia, PA, USA, **2020**, accessed November 2023, <https://www.astm.org/d8333-20.html>

4. Draft Microplastics in Drinking Water Policy Handbook, The Division of Drinking Water, State Water Resources Control Board, State of California, Nov. 10, **2021**, accessed November 2023, https://www.waterboards.ca.gov/drinking_water/certlic/drinkingwater/documents/microplastics/mcrlplsts_plcyl_drft.pdf
5. Best Practice for On-Filter Analysis of Microplastics Using the Agilent 8700 Laser Direct Infrared (LDIR) Chemical Imaging System, Agilent Technologies white paper, **2023**, publication number 5994-5467EN.

詳細情報

- Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステム
- Agilent Clarity ソフトウェア
- マイクロプラスチック技術の FAQ
- 水中のマイクロプラスチック分析