

Agilent 8700 LDIR による分析用のマイクロプラスチックの収集と前処理

ASTM D8333 および SCCWPR で指定された
サンプル前処理方法の適用

著者

Louis Tisinger, Darren Robey,
Wesam Alwan
Agilent Technologies, Inc.



はじめに

マイクロプラスチック粒子の分光分析が成功するかどうかは、サンプル前処理手順の有効性によって決まります。サンプル前処理法が不十分または不適切であると、分析にエラーが生じ、信頼性の低いデータとなるおそれがあります。赤外（IR）顕微分光またはラマン顕微分光のいずれを使用する場合でも、マイクロプラスチック粒子を分離して、分析の準備が整っている基板上に離散的に分散させる必要があります。マトリックスが複雑であればあるほど、より多くの前処理が必要となります。異なる研究の結果を比較できるようにするためには、サンプル前処理法の標準化も重要です。

分析担当者は通常、マイクロプラスチック分析のために環境水を収集して前処理をする際、ASTM International などの業界団体が発行する標準手順書に指定されたガイドラインを使用します。ASTM D8332 は、「Standard Practice for Collection of Water Samples with High, Medium, or Low Suspended Solids for Identification and Quantification of Microplastic Particles and Fibers (マイクロプラスチック粒子および繊維の同定と定量のための、高・中・低レベル懸濁固形物を含む水サンプルの収集に関する標準手順書)」¹ 中で水サンプルの収集に関するプロトコルを提供しています。ASTM D8333 は、「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 (ラマン分光分析、IR 分光分析、または熱分解 GC/MS を使用したマイクロプラスチック粒子および繊維の同定と定量のための、高・中・低レベル懸濁固形物を含む水サンプルの前処理に関する標準手順書)」² でガイダンスを提供しています。

D8333 標準手順書には、水中に存在する懸濁固形物のレベルに応じたマイクロプラスチックのサンプル前処理法の手順が記載されています。酵素反応や抽出が必要となる場合もあるサンプルの複雑さに関係なく、最終的にはすべてのサンプルにろ過が必要になります。懸濁物質のレベルが最も低く最も複雑でないサンプル（飲料水など）は、ろ過のみを必要とします。ASTM D8333 および南カリフォルニア沿岸水再生プロジェクト (Southern California Coastal Water Reclamation Project: SCCWRP) が発行したガイダンス文書³「Standard Operating Procedures for Extraction and Measurement by Infrared Spectroscopy of Microplastic Particles in Drinking Water (飲料水中のマイクロプラスチック粒子の赤外分光分析による抽出と測定の手順操作手順書)」には、飲料水サンプルからの懸濁物質のろ過手順が記載されています。両ガイダンス文書では、飲料水サンプルからマイクロプラスチックを抽出するメソッドには、連続したふるい分けと真空ろ過のステップがいくつか必要とされます。^{2,3}

サンプル収集

ASTM D8332 で詳細が説明され、本書でも要約しているように、ASTM D8333 はサンプルがサイズ分画されていることを前提としています。(懸濁物質含有量が低い) 飲料水の場合、ASTM 8332 に記載されている手順では、1,500 L の水をポアサイズ 500 μm と 20 μm の 2 つのふるいに順番に通すことが指定されています。各ふるいを通過する水流を計量して総体積を記録することで、単位体積あたりの粒子/繊維の数または単位体積あたりの質量を計算して報告することができます。SCCWRP では、ASTM D8332 に規定されている 500 μm および 20 μm に加えて、212 μm のふるいを使用した飲料水サンプルの追加分画を規定しています。分析担当者が SCCWRP プロトコルに従う場合、通常 20 ~ 212 μm の画分は 212 ~ 500 μm の画分とは別に分析されるため、分析時間が 2 倍になります。

ASTM D8333 または SCCWRP メソッドに従うと、サンプル前処理の準備ができていない単一の 0.250 L ボトルまたはペトリ皿にふるい画分を移す (最小限の量のマイクロプラスチック分析グレード (MAG) 水ですすぐ) 必要があります。中レベルおよび高レベルの懸濁物質を含む水の場合、ASTM 文書には追加のふるいの使用を含む同様の手順が指定されています。

サンプル前処理法

ASTM D8333 サンプル前処理法ガイダンスに従い、0.250 L フラスコ (またはペトリ皿) のふるい内容物を 50 mL 遠心分離管に移して 10 mL のメタノールですすいだ後、5,000 rpm で 3 分間遠心分離します。この時点で、可視顕微鏡および IR 顕微鏡を使用して特性解析を行うために、内容物をフィルタまたは顕微鏡スライドに移す準備が整ったことになります。

前のセクションで述べたように、SCCWRP では、20 ~ 500 μm 部分に対する追加の分画を 212 μm ふるいで実行し、分析用に 2 つの画分 (20 ~ 212 および 212 ~ 500 μm) を提供することを規定しています。また、粒子の可視化、場合によっては粒子の分光学的特性解析を進める前に完了すべき、サイズ分別と手動による湿式選別のために従う必要のある一連の細かい手順もあります。³

Laser Direct Infrared (LDIR) ケミカルイメージングシステム

Agilent 8700 Laser Direct Infrared (LDIR) ケミカルイメージングシステムのデフォルトで完全自動化されたマイクロプラスチック粒子分析ワークフローは、20 ~ 500 μm のサイズ範囲の粒子を測定します。従って、LDIR はマイクロプラスチックの 20 ~ 500 μm の画分全体を一度に処理できるため、20 ~ 212 および 212 ~ 500 μm の画分を個別に分析する必要がなくなり、SCCWRP プロトコルが簡素化されます。

水サンプルからのマイクロプラスチックの 20 ~ 500 μm 画分を含む 0.250 L フラスコ (またはペトリ皿) の内容物を、真空ろ過システムに接続されたポアサイズ 0.8 ミクロン、直径 25 mm の金コーティングフィルタに直接注ぎます (図 1)。フィルタを 2 ポジションフィルタホルダ (図 2) に移し、マイクロプラスチックの特性解析のために 8700 LDIR に挿入します。⁴



図 1. 真空ろ過装置



図 2. 2 ポジションフィルタホルダ

Agilent Clarity ソフトウェアに含まれる粒子分析ワークフローを使用することで、フィルタ上のマイクロプラスチック粒子の位置を特定し、描写・同定することができます。LDIR によって検出されたすべての粒子に対して、8700 メソッドは自動的に次のことを行います。

- 粒子の物理的特性の測定
- 粒子のサイズ別分類
- IR 画像と可視画像の撮影
- 各粒子の IR スペクトルの収集
- Agilent が提供するマイクロプラスチックスペクトルライブラリと粒子スペクトルとの同定を目的とした比較

結論

サンプル前処理は、環境水のマイクロプラスチック含有量に関する高品質のデータを収集するための鍵です。ASTM および SCCWRP のガイドラインに従うと、サンプルマトリックスの複雑さによって、分析用のサンプルを前処理するために必要なステップの数が決まります。

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。

DE14220605

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2024

Printed in Japan, January 16, 2024

5994-6999JAJP

しかし、このホワイトペーパーで概説したように、Agilent 8700 LDIR マイクロプラスチック「オンフィルタ」ワークフローを使用すると、サンプル前処理手順の最終ろ過段階が大幅に簡素化され、サンプル汚染のリスクを最小限に抑えられます。

サンプル前処理の複雑さを軽減すると、効率の向上、コスト削減、データ精度の向上につながります。これらはすべて、大量のサンプルを扱う環境ラボにとって望ましい結果です。サンプルの分析用前処理が完了すれば、8700 LDIR ダイレクトオンフィルタメソッドを用いて、環境水から抽出されたマイクロプラスチック粒子に関する包括的なデータが得られます。

追加情報

ホワイトペーパーのダウンロード：Agilent 8700 Laser Direct Infrared (LDIR) ケミカルイメージングシステムによるマイクロプラスチックのオンフィルタ分析のベストプラクティス

参考文献

1. 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>
2. 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>
3. 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/mcrplstls_plcy_drft.pdf
4. Agilent 8700 Laser Direct Infrared (LDIR) ケミカルイメージングシステムによるマイクロプラスチックのオンフィルタ分析のベストプラクティス, Agilent Technologies white paper, publication number 5994-5467JAJP, **2023**.