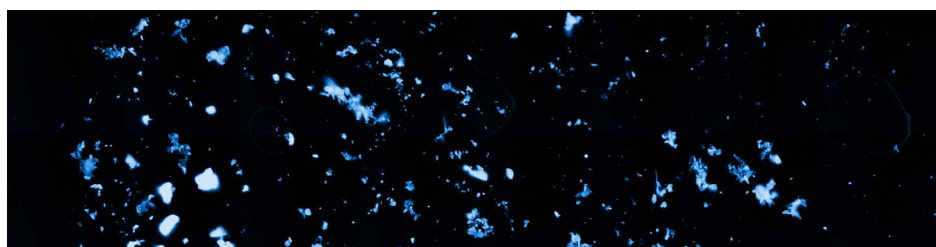


LDIR によるマイクロプラスチックの 特性解析の最適化：自動ワークフローと 手動ワークフロー

検出可能な最小粒子サイズに関する Agilent 8700 LDIR
の測定モードの評価



はじめに

Agilent Clarity コントロールソフトウェアを搭載した Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムには、幅広いマトリックスから単離したマイクロプラスチックを特性解析できる自動および手動ワークフローが用意されています。

粒子分析ワークフローはルーチン試験用に設計されており、デフォルトサイズ範囲 20 ~ 500 μm 内の粒子の高速全自動特性解析が可能です。この範囲は、ユーザーが用いる手法や分析要件に応じて調整できます。ソフトウェアで基板上に目的領域が定義され、スペクトルライブラリが選択されると、8700 LDIR は自動的に粒子を検出し、赤外 (IR) スペクトルを採取し、そのスペクトルをライブラリと照合して、結果をリアルタイムに更新します。

一方、手動分析ワークフローでは、ユーザーがパラメータを調整してスペクトルを採取し、数マイクロメートルの微粒子の高倍率イメージを収集できるため、メソッド開発および研究アプリケーションの柔軟性が高まります。

この技術概要では、粒径 2、5、および 10 μm の NIST トレース可能ポリスチレン (PS) ラテックスビーズを使用して、両タイプのワークフローの性能を評価します。測定は Low-E スライドとアルミニウムコーティング (Al コーティング) フィルタ (ポアサイズ 0.8 μm) の両方で実行し、測定可能な最小粒子サイズに対する基板バックグラウンドの影響を評価しました。

実験方法

基板

Low-E 赤外 (IR) 反射スライド (25 × 75 mm、アジレント部品番号 M7300-68010) と Al コーティング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、アジレント部品番号 M7300-68011)

サンプル前処理

2、5、および 10 μm 粒子が含まれる NIST トレース可能ポリスチレン (PS) ラテックスビーズ懸濁液の 15 mL ボトルは、Applied Physics USA 社 (米国コロラド州アラモーサ) から購入しました。一貫性を確保するため、懸濁液は使用前に十分に振とうし、1 滴目を破棄しました。合計 6 種類のサンプルの前処理手順は以下のとおりです。

- 2 μm ビーズ：NIST PS 原液懸濁液を 10 mL のエタノール (EtOH) で希釈しました。この希釈液 10 μL を Low-E スライドに 3 回、Al コーティングフィルタに 1 回塗布しました。
- 5 μm ビーズ：原液懸濁液 1 滴を 5 mL の EtOH で希釈しました。この希釈液 10 μL を Low-E スライドに 3 回、Al コーティングフィルタに 1 回塗布しました。
- 10 μm ビーズ：原液懸濁液 2 滴を 5 mL の EtOH で希釈しました。この希釈液 10 μL を Low-E スライドに 3 回、Al コーティングフィルタに 1 回塗布しました。

ワークフロー

手動分析は、図 1 に示す手順に従って実行しました。

1. 最初に、目的領域に焦点を合わせ、粒子がはっきり見えるようにします。

2. 粒子を明確に可視化するため、高倍率カメラで可視イメージを撮影します。

3. Clarity ソフトウェアのルーラー機能を使用して、粒子の寸法 (長さ、幅など) を測定します。

4. ピーク解析メソッドを使用して、特定の波数 (1,442 cm⁻¹ など) とピクセルサイズ 1 μm で IR イメージを作成します。

5. フィルタまたは Low-E スライド上の何も無い領域をダブルクリックして、バックグラウンドスペクトルを取得します。

6. スキャン長さと必要なスペクトル数を定義して、ラインプロファイル機能によりスペクトルを採取します。

7. 5 μm 未満の粒子については、信号品質を最大化するためにスイープ速度を下げます。「HQ」は高品質を表します。

図 1. 手動分析ワークフロー。アイコンは、Agilent Clarity ソフトウェアのメインメニューに表示されるものです。IR イメージの分解能はピクセルサイズ 1、3、5、10、20 μm に調整可能です。

自動粒子分析ワークフローには、表 1 に示すパラメータを使用しました。

表 1. Agilent 8700 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自動メソッド解析に使用したパラメータ

パラメータ	設定値
メソッド	粒子解析
使用ライブラリ	Microplastics Starter 2.1
可視画像の収集	あり
粒子感度	自動
ヒットクオリティインデックス (HQI) 範囲	ヒットクオリティは、サンプルのスペクトルが参照ライブラリのスペクトルとどの程度一致しているかを表すものです。この実験では、分類範囲 (スペクトル照合のクオリティの高、中、低による特徴付け) は次のように設定しました。 – 低信頼度 (0.65 ~ 0.75) – 中信頼度 (0.75 ~ 0.85) – 高信頼度 (0.85 ~ 0.99) この範囲外 (つまり < 0.65) の粒子は「未定義」として分類されました。
最小サイズ (μm)	各 PS ビーズサイズに調整 (5 μm および 10 μm)

結果と考察

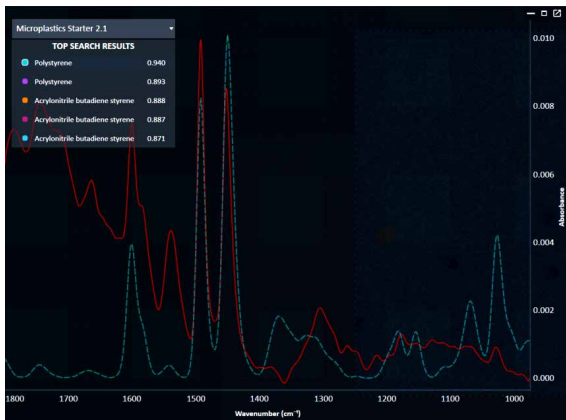
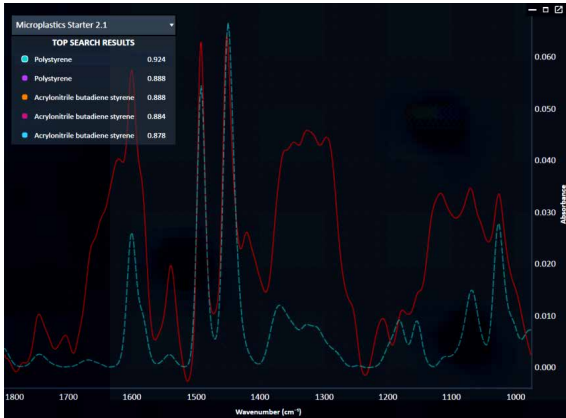
手動ワークフロー

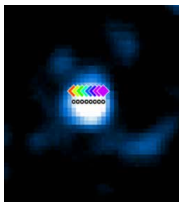
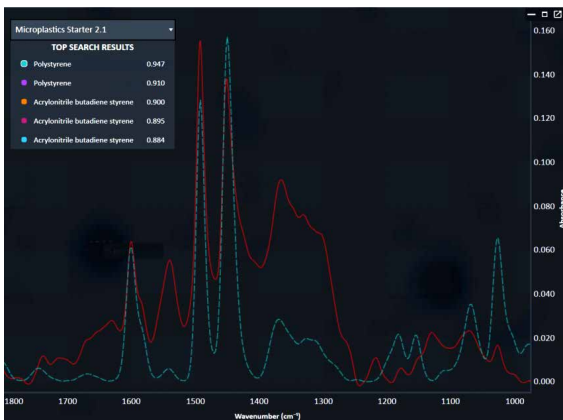
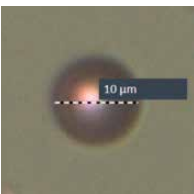
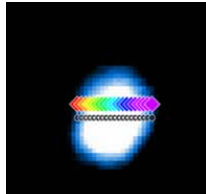
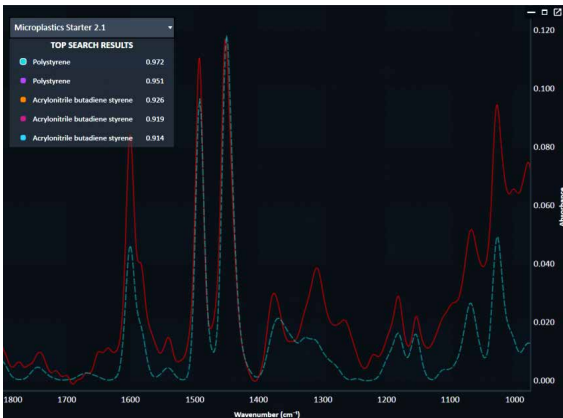
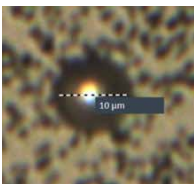
2 μm PS ビーズ：Low-E スライド上の 2 μm PS ビーズについて、個々の粒子に焦点を合わせて高倍率の可視イメージを撮影し、Clarity ソフトウェアのルーラー機能で長さを測定しました（表 2）。また、 $1,442\text{ cm}^{-1}$ 、ピクセル分解能 1 μm で IR イメージを生成し、2 μm ビーズを解像しました。ラインプロファイル機能を使用し、採取（スイープ）速度を遅くして、20 個のスペクトルを採取しました。その平均スペクトル（データ収集後に自動的に取得）を、Microplastics Starter 2.1 ライブラリの参照スペクトルと比較しました。粒子は、ヒットクオリティインデックス (HQI) 0.940 でポリスチレンとして正しく同定されました。2 μm 粒子の検出と同定は、Low-E スライドでのみ成功しました。Al コーティングフィルタでは、0.8 μm のポアによりバックグラウンド干渉が生じ、2 μm 粒子のデータを収集できませんでした。

5 μm PS ビーズ：5 μm PS ビーズについては、どちらのタイプの基板でも高倍率の可視イメージと IR イメージが問題なく得られました。ラインプロファイルモードでのスペクトルの収集には、2 μm 粒子より速いデータ採取速度を使用しました。ビーズは、Low-E スライドでは HQI 0.924 で、また Al コーティングフィルタでは HQI 0.947 で PS として正確に同定されました（表 2）。

10 μm PS ビーズ：10 μm PS ビーズは、どちらの基板でも容易にイメージを撮影し、同定できました。HQI は、Low-E スライドについては 0.972、Al コーティングフィルタについては 0.968 と向上しました（表 2）。

表 2. Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムの手動ワークフローによる Low-E スライドおよび Al コーティングフィルタ上の 2、5、および 10 μm PS ビーズの検出および同定結果

PS ビーズ サイズ (μm)	基板	高倍率可視イメージ	1442 cm^{-1} の IR イメージ	同定結果
2	Low-E スライド			
5	Low-E スライド			

PS ビーズ サイズ (μm)	基板	高倍率可視イメージ	1442 cm ⁻¹ の IR イメージ	同定結果										
5	Al コーティングフィルタ			 Microplastics Starter 2.1 TOP SEARCH RESULTS <table><tr><td>Polystyrene</td><td>0.947</td></tr><tr><td>Polystyrene</td><td>0.930</td></tr><tr><td>Acrylonitrile butadiene styrene</td><td>0.900</td></tr><tr><td>Acrylonitrile butadiene styrene</td><td>0.895</td></tr><tr><td>Acrylonitrile butadiene styrene</td><td>0.884</td></tr></table>	Polystyrene	0.947	Polystyrene	0.930	Acrylonitrile butadiene styrene	0.900	Acrylonitrile butadiene styrene	0.895	Acrylonitrile butadiene styrene	0.884
Polystyrene	0.947													
Polystyrene	0.930													
Acrylonitrile butadiene styrene	0.900													
Acrylonitrile butadiene styrene	0.895													
Acrylonitrile butadiene styrene	0.884													
10	Low-E スライド			 Microplastics Starter 2.1 TOP SEARCH RESULTS <table><tr><td>Polystyrene</td><td>0.972</td></tr><tr><td>Polystyrene</td><td>0.951</td></tr><tr><td>Acrylonitrile butadiene styrene</td><td>0.926</td></tr><tr><td>Acrylonitrile butadiene styrene</td><td>0.919</td></tr><tr><td>Acrylonitrile butadiene styrene</td><td>0.914</td></tr></table>	Polystyrene	0.972	Polystyrene	0.951	Acrylonitrile butadiene styrene	0.926	Acrylonitrile butadiene styrene	0.919	Acrylonitrile butadiene styrene	0.914
Polystyrene	0.972													
Polystyrene	0.951													
Acrylonitrile butadiene styrene	0.926													
Acrylonitrile butadiene styrene	0.919													
Acrylonitrile butadiene styrene	0.914													
10	Al コーティングフィルタ			 Microplastics Starter 2.1 TOP SEARCH RESULTS <table><tr><td>Polystyrene</td><td>0.968</td></tr><tr><td>Polystyrene</td><td>0.947</td></tr><tr><td>Acrylonitrile butadiene styrene</td><td>0.904</td></tr><tr><td>Acrylonitrile butadiene styrene</td><td>0.903</td></tr><tr><td>Polystyrene</td><td>0.900</td></tr></table>	Polystyrene	0.968	Polystyrene	0.947	Acrylonitrile butadiene styrene	0.904	Acrylonitrile butadiene styrene	0.903	Polystyrene	0.900
Polystyrene	0.968													
Polystyrene	0.947													
Acrylonitrile butadiene styrene	0.904													
Acrylonitrile butadiene styrene	0.903													
Polystyrene	0.900													

自動注入

2 μm PS ビーズ：自動粒子分析ワークフローでは IR イメージのピクセル分解能が 5 μm に固定されるため、このモードでは 2 μm 粒子を検出できません。5 μm というピクセル分解能設定は、マイクロプラスチック分析を高速化して全体的な処理時間を最小化するように最適化されています。ピクセル分解能を高めると、より小さな粒子の検出は改善しますが、粒子の検出に要する時間が大幅に長くなります。

5 μm PS ビーズ：自動メソッドでは、5 μm 粒子は粒子分析ワークフローの分解能の下限に相当しますが、大半の粒子が 8700 LDIR で検出されます。ただし、同定を目的とする場合は、HQI 値が低い粒子の結果をさらに検証する必要があります。

今回の研究では、5 μm PS ビーズの自動検出を Low-E スライドと AI コーティングフィルタの両方で正常に行えました。

Low-E スライドで検出された合計 1,083 個の粒子のうち、506 個の粒子が PS として同定されました。その内訳は 124 個が高信頼度、142 個が中信頼度、136 個が低信頼度、104 個が信頼度しきい値未満の未定義の粒子でした。

また、AI コーティングフィルタでは、合計 693 個の粒子が検出されました (図 2)。大半の粒子 (377 個) は PS として同定され、そのうち 199 個は高信頼度、102 個は中信頼度、76 個は低信頼度でした。この他、11 個の粒子 (未定義) が PS として同定されましたが、その HQI は信頼度しきい値未満でした。

自動ワークフローにより両方の基板で同定された 5 μm PS 粒子の例を図 3 に示します。

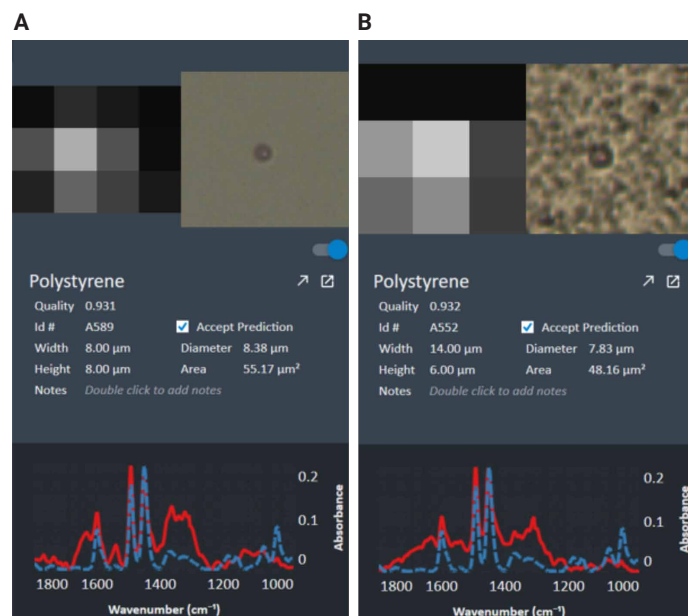


図 3. Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムの自動粒子分析ワークフローにより Low-E スライド (A) および AI コーティングフィルタ (B) で 5 μm PS ビーズについて採取したデータの例

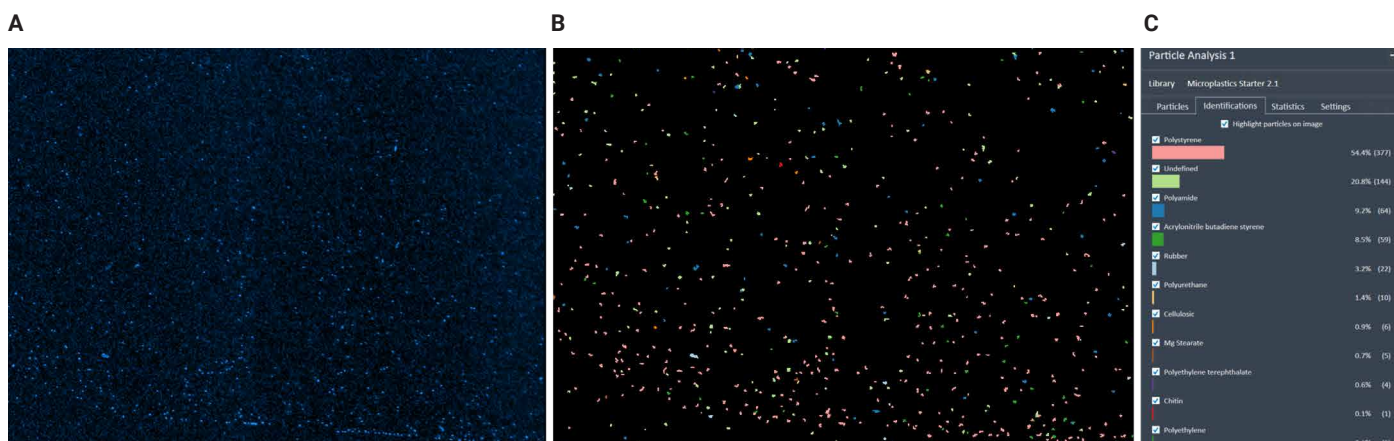


図 2. Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムの自動粒子分析ワークフローにより AI コーティングフィルタで分析した 5 μm PS ビーズの同定および分類データ：(A) 1,442 cm^{-1} でスキャンした IR イメージ、(B) 検出された粒子の強調表示 (マイクロプラスチックの種類の同定結果にもとづいて粒子を色分け)、(C) 5 μm PS ビーズサンプル中のマイクロプラスチックの同定結果にもとづいて生成された自動統計データ

10 μm PS ビーズ：10 μm PS ビーズサンプルについては、粒子サイズが IR イメージのピクセル分解能 5 μm を超えているため、自動ワークフローによりどちらの基板でも優れた性能が得られました。Low-E スライド（図 4）では、654 個の粒子が検出され、そのうち 640 個が高信頼度（HQI > 0.91）で PS として同定されました。AI コーティングフィルタ（図 5）では、389 個の粒子が検出され、そのうち 366 個が高信頼度（HQI > 0.85）で PS として同定されました。

両方の基板にわたる単一粒子分析では、基板あたり約 200 個の重なり合っていない個別の粒子が分析され、平均粒子サイズ 12 μm （SD = 2 μm ）という良好なサイズ精度が実証されました。

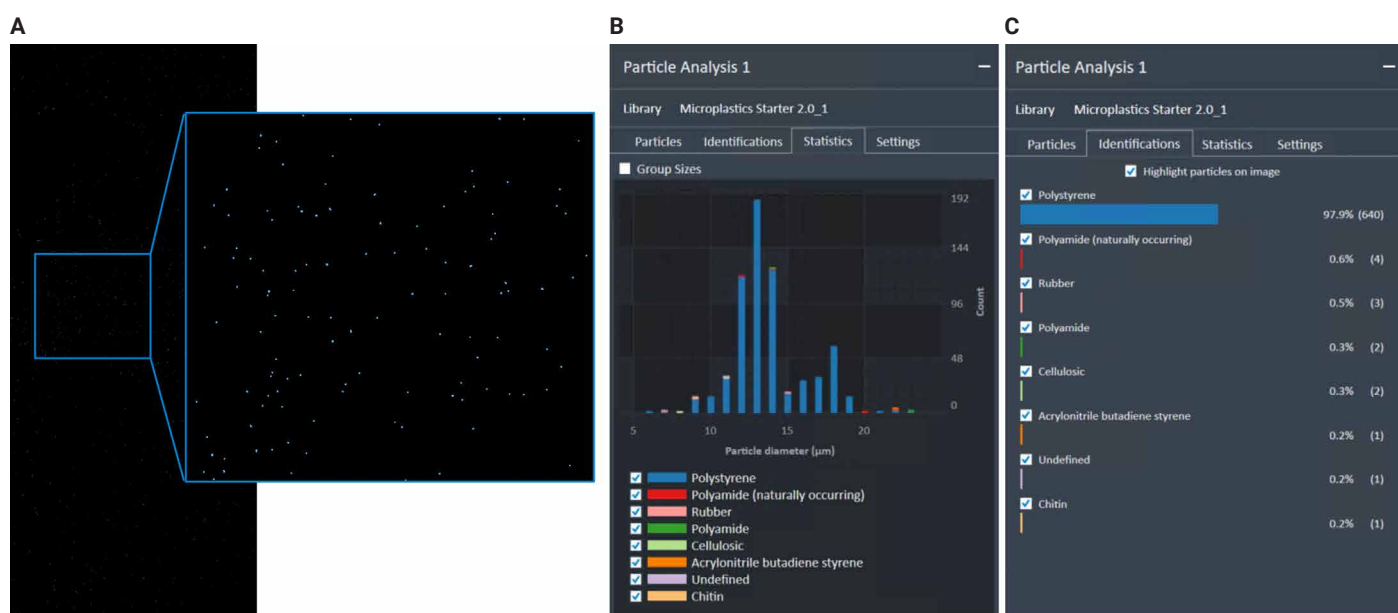


図 4. Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムの自動粒子分析ワークフローにより Low-E IR プレートで分析した 10 μm PS ビーズの同定および分類データ：(A) 検出された粒子の強調表示（マイクロプラスチックの種類の同定結果にもとづいて粒子を色分け）、(B) 10 μm PS ビーズサンプル中のマイクロプラスチックの粒子サイズ（ μm ）、カウント、同定結果にもとづいて生成された自動統計データ、(C) マイクロプラスチックの同定結果に基づいて生成された自動統計データ

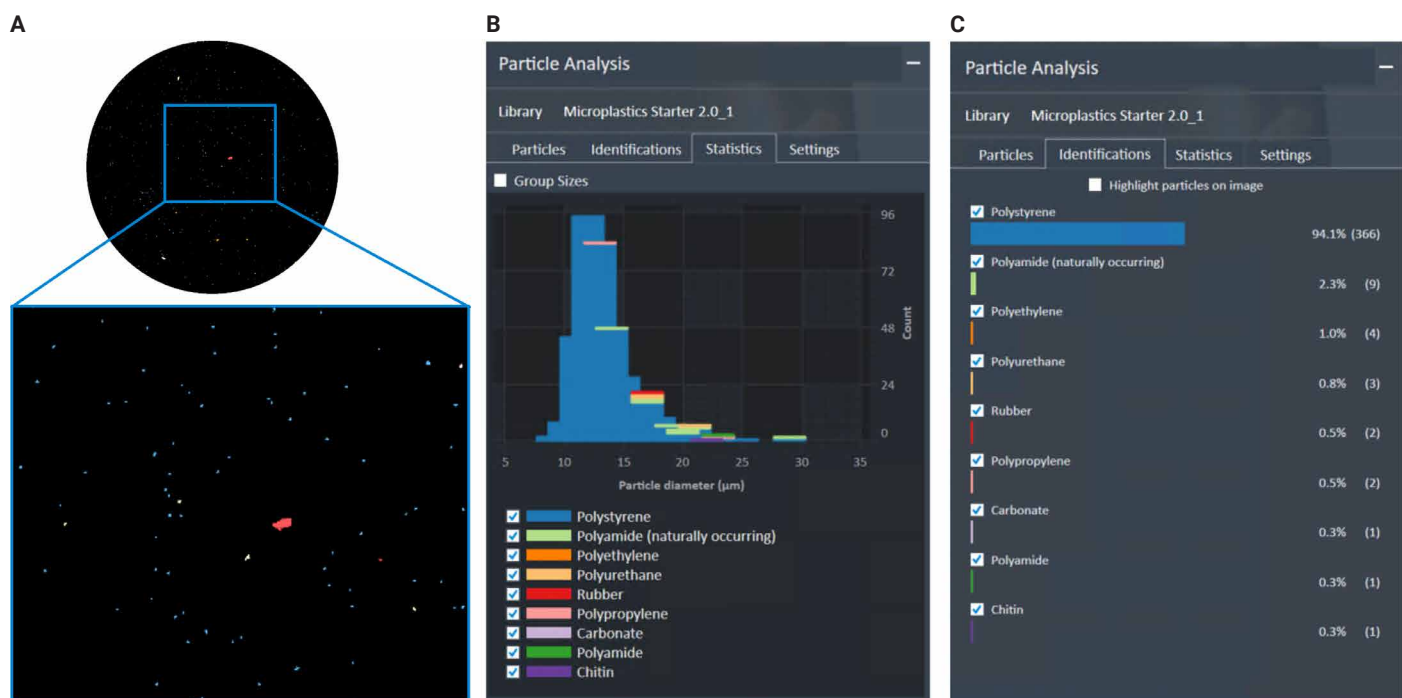


図 5. Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムの自動粒子分析ワークフローにより AI コーティングフィルタで分析した 10 μm PS ビーズの同定および分類データ：(A) 検出された粒子の強調表示（マイクロプラスチックの種類の同定結果にもとづいて粒子を色分け）、(B) 10 μm PS ビーズサンプル中のマイクロプラスチックの粒子サイズ、カウント、同定結果にもとづいて生成された自動統計データ、(C) マイクロプラスチックの同定結果に基づいて生成された自動統計データ

表 3 に、2、5、および 10 μm PS ビーズの検出における手動ワークフローと自動ワークフローの比較を示します。手動分析では、Low-E スライド上の 2 μm の微粒子を特性解析できる一方、自動ワークフローは 10 μm 以上の粒子に対して堅牢な性能を発揮します。金コーティングフィルタの性能は AI コーティングフィルタと同等です。

表 3. Agilent 8700 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特性解析における手動および自動測定モードの比較のまとめ

モード	2 μm PS ビーズ	5 μm PS ビーズ	10 μm PS ビーズ
手動分析	Low-E スライドでのみ検出・同定	Low-E スライドおよびフィルタの両方で検出・同定	Low-E スライドおよびフィルタの両方で検出・同定
自動粒子分析	不可（IR イメージのピクセル分解能 5 μm 未満）	大半の粒子を検出可能低 HQI の同定結果は手動での確認が必要	どちらの基板でも高い信頼性で検出・同定

結論

Agilent 8700 LDIR ケミカルイメージングシステムでは、Low-E スライド上の 2 μm という微小なマイクロプラスチックについては手動ワークフローにより、また 5 μm 以上のマイクロプラスチックについては自動粒子分析メソッドにより分析できます。ただし、自動ワークフローで最も信頼性の高い同定結果と最も高信頼度のライブラリ照合結果が得られたのは、10 μm 以上の粒子でした。

以上の結果より、2 つのワークフローが相補的に機能し、より大きな粒子の高速ルーチン分析には自動化が、より微小な粒子の特性解析や研究アプリケーションには手動コントロールが適していることがわかりました。

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

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

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。

DE-009685

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2025
Printed in Japan, October 1, 2025
5994-8677JAJP