

## Application News

ダイナミック粒子画像解析システム iSpect™ DIA-10  
フーリエ変換赤外分光光度計 IRTracer™-100/IRXross™  
赤外顕微鏡 AIMsight™

## マイクロプラスチック(MPs)分析を成功させるための包括的なアプローチ

William Lipps<sup>1</sup>、Yusuke Mizuno<sup>1</sup>、前田 裕貴<sup>2</sup>、川原 和美<sup>2</sup>、祖父江 和樹<sup>2</sup>  
1 Shimadzu Scientific Instruments、2 島津製作所

### ユーザーベネフィット

- ◆ 100 μmより小さなMPsは、iSpect DIA-10により粒子の総数、粒子径分布および形状の迅速な測定が可能です。
- ◆ 数百μmより大きなMPsは、ベンチトップFTIRシステムによって定性および定量分析が可能です。
- ◆ 数百μmより小さなMPsは、赤外顕微鏡システムによって定性および定量分析が可能です。

### はじめに

一般的にマイクロプラスチック(MPs)の評価では、外観の観察、粒子数と粒子径の計測だけでなく、材質の解析が行われます。

粒子の総数や粒子径分布、形状などの評価については、弊社も規格化のためのデータ取得などに積極的に参画<sup>1)</sup>し、2023年にASTM D8489 (以下D8489と記載)が発行されました<sup>2)</sup>。D8489は5~100 μmの粒子を対象とし、粒子径、粒子径分布、濃度、および形状の情報を得るための規格です。

一方で、材質の解析の評価については、赤外分光法が有力であり、現在ASTM Internationalによる規格化のための検討<sup>3)</sup>を行っております。現在検討中であるASTM WK87463では、水中の20 μm~5 mmの粒子を対象とし、FTIRおよびLDIR (Laser Direct Infrared) でMPsの材質を評価する規格となる見込みです。

今回は、D8489に沿った、ダイナミック粒子画像解析システムであるiSpect DIA-10を使用したMPsの評価と、FTIRによるMPsの材質評価をご紹介します。

### 試料と分析手法

上述したように、我々はD8489の規格化のためにデータ取得を実施し、その結果をホワイトペーパー<sup>3)</sup>にまとめています。このホワイトペーパーでは、直径と濃度が既知であるプラスチックビーズのみを分析しました。本稿では、ASTM D8332およびD8333を参照して、実際のプラスチック粒子を評価しました。ここで、5~100 μmの粒子の観察および計測はダイナミック粒子画像解析システムiSpect DIA-10 (図1)、数百μmより大きな粒子についてはフーリエ変換赤外分光光度計IRTracer-100と一回反射測定装置QATR™ 10 (図2)、数百μmより小さな粒子は赤外顕微鏡システム(IRXrossとAIMsight) (図3)を使用しました。



図1 iSpect™ DIA-10



図2 ベンチトップFTIRシステム (IRTracer™-100とQATR™ 10)



図3 赤外顕微鏡システム (IRXross™とAIMsight™)

ASTM D8402<sup>4)</sup>の手順Aに従ってマイクロプラスチック粒子を準備しました。ポリプロピレン(PP)のシート、ポリエチレン(PE)の断片、ポリスチレン(PS)の食品容器を入手し、図4に示すように、おろし金を用いて削り、微細な粒子を作製しました。次に、D8333<sup>5)</sup>に従い、微細な粒子を混合し、混合したプラスチック約50 mgを1 mLメタノールに添加して混合溶液を作成し、212 μmおよび100 μmメッシュのふるいでふるい分けしました。



図4 PPをおろし金で削った様子

### ■ DIA-10によるMPsの評価

ダイナミック粒子画像解析システムiSpect DIA-10を用いて、100 μmのふるいをかけたろ液中の5~100 μmの粒子の粒子径分布、形状、個数を計測しました。D8489に従い、100 μmのふるいをかけたろ液250 μLに50 wt%メタノール：50 wt%グリセリン混合液2,250 μLを添加しました。1回につき150 μLの測定を7回行いました。

図5、6には、7回測定のうち1回の粒子径分布と散布図を示しました。また、図7に粒子画像のサムネイル表示を示します。

この結果から100 μmのふるいを通過した粒子は5-100 μmの範囲全体に分布しており、粒子径が小さくなるほど個数が多いことが分かります。加えて、散布図と粒子画像から、今回のおろし金を用いて削る処理により、様々なアスペクト比の微細な粒子が生じていることが分かります。

表1に面積相当径ごとの7回測定分の濃度および再現性を確認したデータを示します。25 μm以上の領域に関しては、検出粒子数が少ないため、RSDが大きくなっていますが、総濃度では10%以内のRSDとなっています。

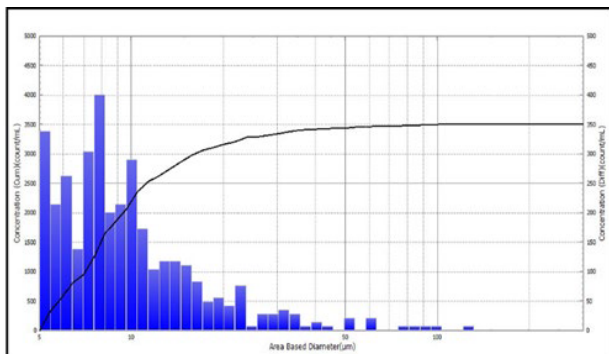


図5 粒径分布

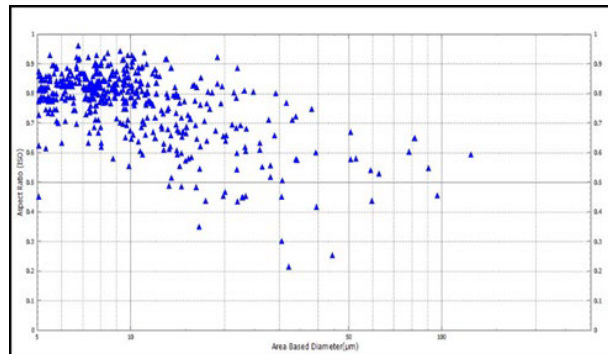


図6 散布図 (X軸：面積相当径、Y軸：Aspect Ratio(ISO))

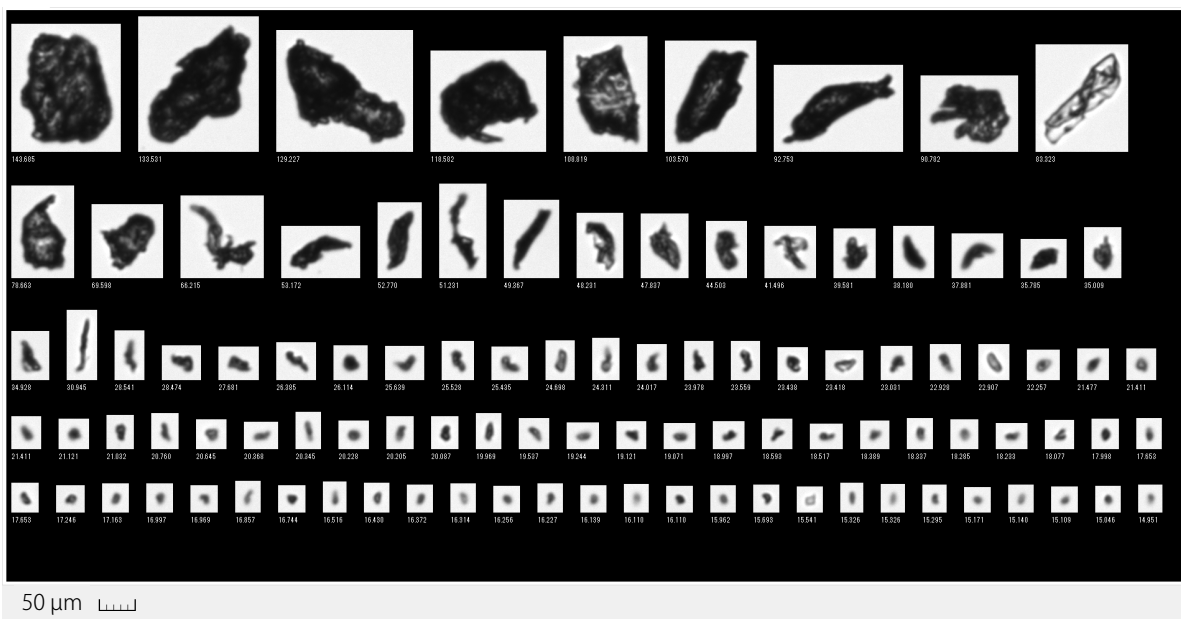


図7 面積相当径(μm)ごとに並べられた粒子のサムネイル表示

表1 面積相当径ごとの7回測定分の濃度および再現性

Replicate number	Concentration (count/mL)					
	All	5-10 μm	10-25 μm	25-50 μm	50-100 μm	> 100 μm
1	3253	1623	1250	214	83	83
2	3667	2051	1140	283	69	124
3	3764	2037	1271	290	90	76
4	3640	2141	1140	228	76	55
5	3419	1837	1167	235	111	69
6	3508	2051	1105	242	76	35
7	3101	1761	1050	186	62	41
Average	3479	1929	1160	240	81	69
S.D.	238.4	190.1	77.9	36.7	15.8	30.1
RSD	6.85%	9.86%	6.72%	15.31%	19.54%	43.59%

## ■ FTIRによるMPsの評価

100 μmメッシュのふるいを通過できなかったより大きい粒子のいくつかを選択し、IRTracer-100とQATR 10により、定性分析を行いました。測定条件を表2に、3種類のMPsの写真、最大長、および赤外スペクトルを図8に示します。混合したそれぞれの材質の粒子の存在を確認できました。

表2 測定条件

使用した装置	: IRTracer-100, QATR 10
分解	: 4 cm <sup>-1</sup>
スキャン回数	: 30
アポタイズ関数	: SqrTriangle
検出器	: DLATGS

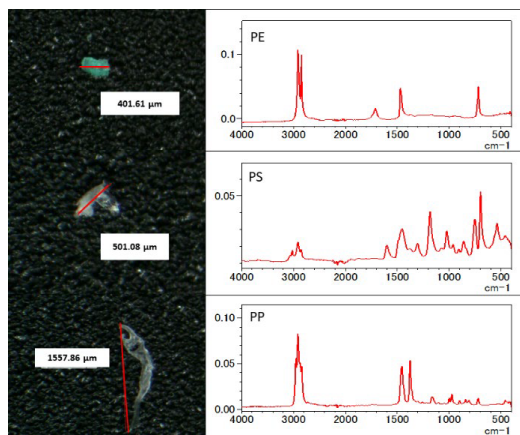


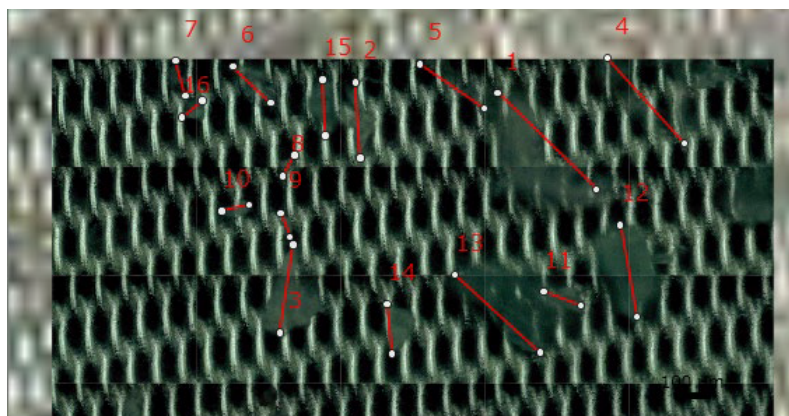
図8 MPsの写真、最大長および赤外スペクトル

最後にIRXrossとAIMSightにより、数百μmより小さなMPs2種類を分析しました。測定条件を表3に示します。今回はD8333に従い、メタノール中のMPs混合物200 μLを直径25 mm、目合いが15 μmのステンレスメッシュフィルターでろ過しました。この操作を2回行うことで、粒子を捕集したフィルターを2種類得ました(試料1、試料2)。各フィルターについて1.232 mm<sup>2</sup>の範囲をそれぞれ3カ所ずつ測定しました。また、使用したフィルターの総面積は490.625 mm<sup>2</sup>でした。

表3 測定条件

使用した装置	: IRXross, AIMSight
分解	: 8 cm <sup>-1</sup>
スキャン回数	: 5
アポタイズ関数	: SqrTriangle
アパーチャーサイズ	: 50 μm × 50 μm
測定間隔	: 50 μm
マッピング範囲	: 850 μm × 1450 μm
検出器	: T2SL

専用ソフトウェアAMsolutionによって計測した粒子長と、赤外スペクトルによって決定された各粒子の材質を図9に示します。また、図10には定性したポリエチレン(PE)、ポリスチレン(PS)、ポリエチレン(PP)の分布を画像化したケミカルイメージを示します。各プラスチックとの一致度が高い部分は赤色で表示され、低い部分は青色で表示されます。図11には上記3種類のプラスチックの代表的な赤外スペクトルを示します。



No.	Length(μm)	Material
1	382	PP
2	209	PP
3	245	PP
4	319	PS
5	217	PS
6	145	PS
7	100	PS
8	67	PS
9	70	PS
10	78	PS
11	110	PS
12	257	PE
13	319	PE
14	138	PE
15	156	PE
16	74	PE

図9 赤外スペクトルによって識別された各粒子の最大長(μm)と材質

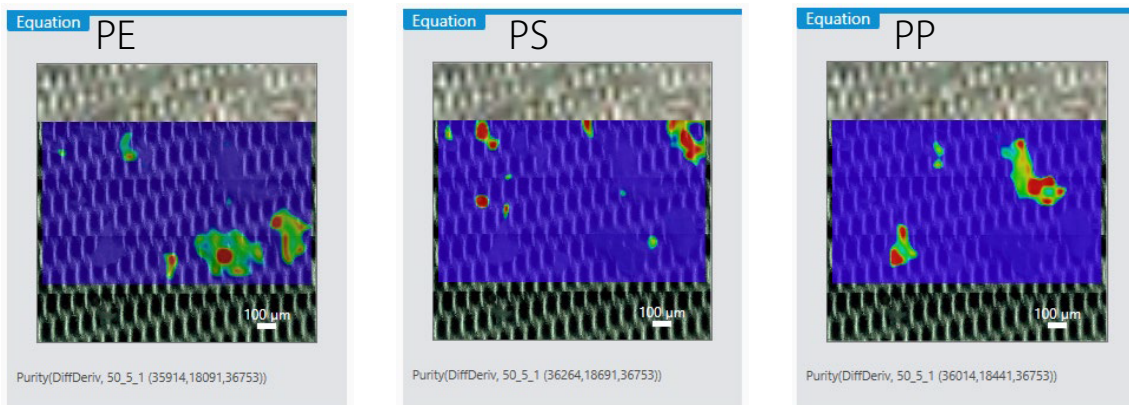


図10 各プラスチックの分布を画像化したケミカルイメージ

各測定範囲で検出されたプラスチックは、材質ごとに粒子数を計測し、平均し、次の式を用いてプラスチックの粒子数を推定しました。

$$\text{総粒子数} = (\text{測定範囲内の粒子数} \times \text{フィルター面積}) / (\text{測定エリア})$$

試料1および2について、測定領域ごとの平均粒子数とフィルターごとの総粒子数を表4に示します。フィルター上に残ったMPsの総粒子数は3,000~4,000個であると推測されました。

今回の試料では、ポリエチレン (PE)、ポリスチレン (PS)、ポリプロピレン (PP) のいずれの材質についても様々な最大長、アスペクト比の粒子が存在しており、材質と最大長・形状の関連性は見出せませんでした。これは粒子の作成方法が同一であるためと考えられます。一方、試料1、試料2の材質ごとの粒子数から、少なくともポリエチレン (PE) がポリスチレン (PS)、ポリプロピレン (PP) と比較して多く含まれていると考えられます。このことからiSpect DIA-10で検出された粒子についてもポリエチレン (PE) の割合が多いと推測できます。

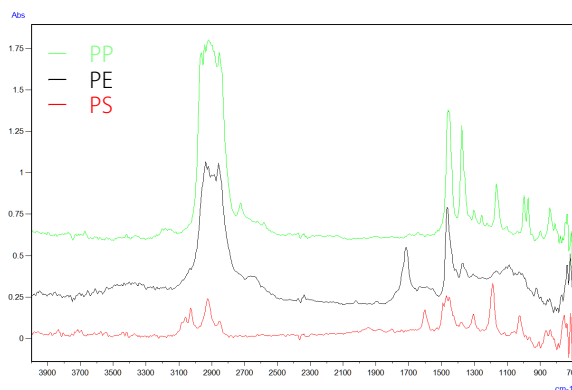


図 11 マッピング測定で取得した代表的な赤外スペクトル

表 4 測定範囲ごとの平均粒子数とフィルターごとの推定総粒子数

	試料 1				試料 2			
	PE	PS	PP	Total	PE	PS	PP	Total
測定領域ごとの平均粒子数	4.3	3.3	2.3	10.7	5.3	1.3	1.7	8.3
フィルターごとの総粒子数	1725	1327	929	4246	2110	517	663	3317

## ■ まとめ

本稿ではASTM D8489に従い、ダイナミック粒子画像解析システムiSpect DIA-10を用いて、5~100 μmのMPsの形状、粒子径、粒子径分布を評価しました。さらに現在検討中であるASTM WK87463に従い、実体顕微鏡と赤外分光法を使用してMPsの測長および材質解析を行いました。ここでは数百μmより大きな粒子のいくつかについて、IRTracer-100とQATR 10を用いて測定しました。

次に、IRXrossとAIMsight、および赤外顕微鏡制御ソフトウェアAMsolutionの測長機能およびマッピング機能を用いて、数百μmより小さな粒子を測長し、材質の解析とケミカルイメージを取得しました。水中のMPsのサンプリング、試料の前処理、分析および評価のために開発されたASTM規格に沿った島津製作所の分析機器は、水中のMPsの包括的な評価を可能にします。

## <参考文献>

- 1) WK87463, New Test Method for Spectroscopic Identification and Quantification of Microplastic Particles in Water Using Infrared (IR) Spectroscopy
- 2) ASTM D8489, Test Method for Determination of Microplastics Particle and Fiber Size, Distribution, Shape, and Concentration in Waters with High to Low Suspended Solids Using a Dynamic Image Particle Size and Shape Analyzer
- 3) [Shimadzu Whitepaper, New Standard Determination of Microplastics Particle and Fiber Size, Distribution, Shape and Concentration in Waters with High to Low Suspended Solids Using a Dynamic Image Particle Size and Shape Analyzer, September 2022](#)
- 4) ASTM D8402, Standard Practice for Development of Microplastic Reference Samples for Calibration and Proficiency Evaluation in All Types of Water Matrices with High to Low Levels of Suspended Solids
- 5) 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

iSpect、AIMsight、IRTracer、IRXross、およびQATRは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

## 関連製品

一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



＞ AIMsight  
赤外顕微鏡



＞ iSpect DIA-10  
ダイナミック粒子画像解析システム



＞ IRTracer-100  
フーリエ変換赤外分光光度計

## 関連分野

＞ 環境

＞ マイクロプラスチック

＞ 化学

＞ プラスチック - 石油・  
化学工業

＞ 価格お問い合わせ

＞ 製品お問い合わせ

＞ 技術お問い合わせ

＞ その他お問い合わせ