SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

フーリエ変換型赤外分光光度計IRXross™/IRTracer™-100
赤外顕微鏡AIMsight™

各種フィルター上に捕集した微小マイクロプラスチックの測定手法　-PFホルダの活用-

川原 和美、祖父江 和樹

ユーザーベネフィット

- ◆ PFホルダを用いることで、測定試料の顕微画像が鮮明に得られ、精度の高い測定が可能になります。
- ◆ PFホルダ、高速マッピングプログラム、粒子解析プログラムを用いることで、マイクロプラスチック分析が正確かつ効率的に行えます。

■はじめに

マイクロプラスチック（MPs、サイズ：数 μm～5 mm）は、海洋環境問題として広く認識されており、環境表層水中におけるMPsの前処理および測定手順については、環境省よりガイドラインが発行されています[1)]。

このガイドラインでは、プラスチックの同定方法としてフーリエ変換赤外分光光度計（FTIR）による全反射測定法が例示されていますが、微小なMPsの同定には赤外顕微鏡などの使用が推奨されています。

近年では、100 μm未満の微小MPsに関する調査が増加しています。赤外顕微鏡によるMPsの測定では、試料をフィルター上に捕集する必要があります。赤外顕微鏡で使用可能なフィルターには複数の種類があり、それぞれに特性があります。また、乾燥時や測定時にフィルターを平坦に保持できず、しわが寄ってしまうと、測定の精度が低下する可能性があります。そこで、フィルターを平坦に保持した状態で赤外顕微鏡のステージに直接設置できるPFホルダ(Particle Filter Holder)を開発しました。今回は図1に示すフーリエ変換赤外分光光度計IRXross、赤外顕微鏡AIMsightとPFホルダを用いて、各種フィルターの特性評価と、MPs標準試料を測定した事例について紹介します。

図１　IRXross™（左）およびAIMsight™（右）

■フィルターの選定

表1にMPsのろ過に使用する代表的なフィルターと特徴を示します。フィルターの外径が大きいほど、ろ過時間の短縮やフィルター上でのMPsの重なりが軽減されます。一方で、測定範囲が広くなるため、フィルター上でMPs候補粒子を探索する時間や測定時間が増加する可能性があります。

一般的には、外径φ13 mmやφ25 mmのフィルターが多く使用されます。フィルターの孔径は、捕集対象となるMPsのサイズに応じて選定します。孔径が小さい場合、より小さな粒子の捕集が可能になりますが、ろ過に要する時間が長くなる傾向があります。ここでは、標準MPsを純水に分散させた溶液をろ過した際の目安時間も併せて表1に記載しています。また、フィルターの材質によって測定可能な赤外測定領域も異なります。フィルター単体の透過率のデータ例を図2に示します。

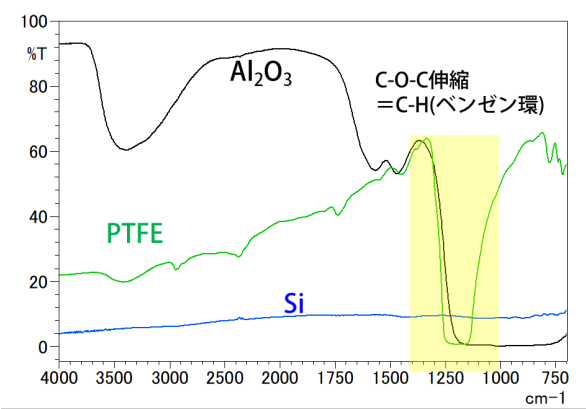


図２　フィルターの種類ごとの透過率

PTFEは1,200 cm^{-1}付近に吸収を持つため、ポリエチレンテレフタレートなどに含まれるC-O-C伸縮のピークが重なり、明確に識別できない場合があります。同様に、Al_2O_3は1,200~700 cm^{-1}の範囲に吸収を持つため、ポリスチレン(PS)に含まれる=C-H(ベンゼン環)のピークが認識しにくい場合があります。一方、SUSは孔径によっては透過測定が可能です。フィルターの特徴と分析したい材質によってフィルターの選択が必要です。

表１　今回比較するフィルターの特徴

フィルター	材質	孔径(μm)	測定手法*1	価格	備考	ろ過時間(s)*2	赤外測定範囲*3
親水性PTFE	ポリテトラフルオロエチレン	0.45	透過	安価	しわが寄りやすい	30	4,000~1,300 cm^{-1} 1,000~700 cm^{-1}
SUS	ステンレス	8	透過/反射	中程度	平面が取りやすい	2	4,000~700 cm^{-1}
Au/PC	金コーティングポリカーボネイト	0.8	反射	高価	反射率が高い	12	4,000~700 cm^{-1}
Al_2O_3	酸化アルミニウム	0.2	透過	高価	脆い、平面が取りやすい	53	4,000~1,200 cm^{-1}

*1: 弊社推奨の測定手法

*2: 純水に標準MPsを散乱させた溶液1 mLを外径φ13 mmのフィルターで吸引ろ過した場合の参考値です。含まれる粒子の濃度や大きさによって異なります。

*3: 赤外顕微鏡の測定範囲700~4000 cm^{-1}を考慮した測定範囲

■PFホルダ

PFホルダにはφ13 mm用とφ25 mm用の2種類があり、それぞれ試料ベース、フィルターホルダ、カバー、フィルター設置台で構成されています。カバーはマグネットで固定される構造のため、フィルターの着脱が容易に行える設計となっています。フィルターホルダのおもて面には突起が設けられており、樹脂系フィルターのような柔らかいフィルターを設置する際にしわが伸びるようになっています。一方、裏面は平らな形状で、金属系などの硬いフィルターを保持できるようになっています。図3におもて面を利用してPTFEフィルターを保持する様子を示します。

図3　PTFEフィルターを保持したPFホルダの外観

PFホルダを使用することで、広範囲にわたって平面を保持することが可能になります。特にPTFEフィルターは乾燥時にしわが寄りやすく、赤外顕微鏡での観察では焦点の合う範囲が限られてしまうため、広範囲において鮮明な画像を取得することが困難になります。焦点の合わない領域が多いと、粒子を見つけることが困難になり、取得されるデータの精度が低下する可能性があります。しかし、PFホルダを用いてPTFEフィルターを乾燥させることで、フィルター表面の平面を保持でき、広い範囲にわたって焦点の合った鮮明な顕微画像を取得することができます。これにより、粒子の観察が容易になり、より高精度な測定が可能となります。PFホルダを使用せずに乾燥させたPTFEフィルターに対し、一点に焦点を合わせた場合と、PFホルダを使用してPTFEフィルターを乾燥させた場合のタイリング画像を図4に示します。広い範囲で焦点が合い、粒子が観察しやすくなったことがわかります。

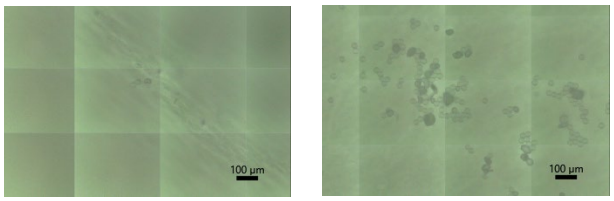


図4　15倍反射対物鏡で撮影したPTFEフィルター上のMPsの画像
(左)PFホルダ未使用時、(右)PFホルダ使用時

■標準MPsの測定例

PS(ポリスチレン)とPE(ポリエチレン)、PP(ポリプロピレン)の粒子を100 µmのふるいにかけ、落ちた粒子を純水に分散させました。表1に示したPTFE、Al_2O_3、Au/PC、SUSのフィルターを用いて吸引ろ過を行い、MPs粒子を捕集しました。捕集後は、PFホルダを用いてフィルターを乾燥させました。赤外顕微鏡に設置した様子を図5に、測定条件を表2に示します。PTFEとAl_2O_3は透過法、SUSとAu/PCは反射法で測定しました。今回は、高速マッピングプログラムを使用する際に、炭化水素（C-H）由来の信号が得られる3,400~2,400 cm^{-1}をピークの検出範囲に設定し、この領域にピークを持つものを指定の積算回数で測定しました。各フィルターのタイリング画像を図6に示します。黄色の枠で示した箇所を測定しました。高速マッピングプログラムについての詳細はApplication News No. 01-01001-JPをご参照ください。

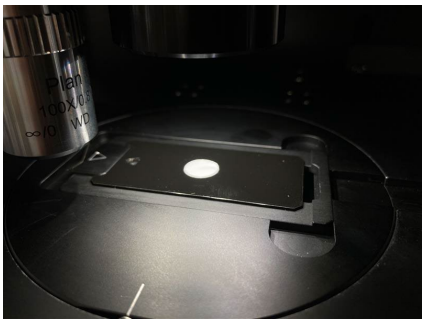


図5 PFホルダを赤外顕微鏡に設置した様子

表2　測定条件

装置	: IRXross, AIMsight
ソフトウェア	: 高速マッピングプログラム、粒子解析プログラム
分解	: 8 cm^{-1}
スキャン回数	: 50
アポダイズ関数	: SqrTriangle
アパーチャサイズ	: 20 µm×20 µm
測定間隔	: 20 µm
マッピング範囲	: PTFE : 480 µm×400 µm Al_2O_3 : 360 µm×560 µm Au/PC : 780 µm×500 µm SUS : 480 µm×400 µm
検出器	: T2SL
【高速マッピング条件】	
ノイズレベル	: PTFE, Al_2O_3, Au/PC : 0.05, SUS : 0.1
しきい値	: PTFE, Au/PC : 0.5, Al_2O_3 : 0.1, SUS : 0.2
除外範囲	: 4,000~3,400 cm^{-1}/2,400~700 cm^{-1}

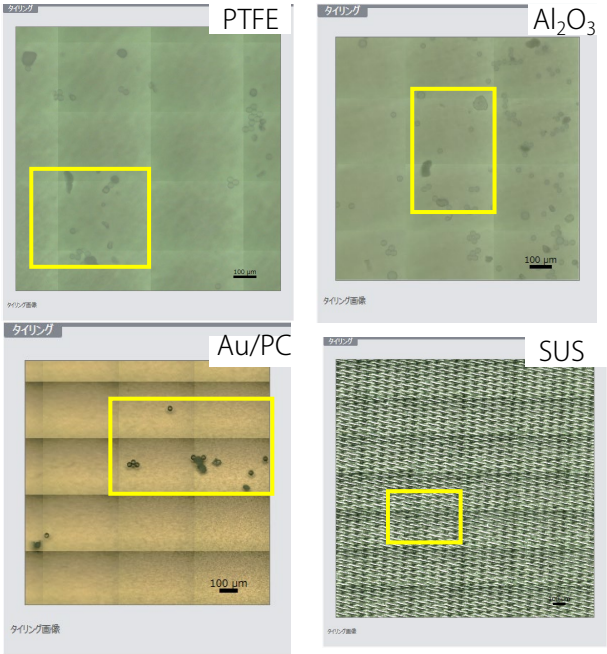


図6　各フィルターのタイリング画像

図7、8に高速マッピングプログラムにより取得した赤外スペクトルの例を示します。図7よりPTFE上でも各プラスチックの赤外スペクトルは十分確認できることが分かります。ただし、1,200 cm^{-1}の領域はフィルターの吸収があるため信号が得られず、検索の際もスコアが低下する要因になりえます。またAu/PC上のPSは干渉縞が生じています。こちらもまた、検索時のスコアが低下する要因になりえます。

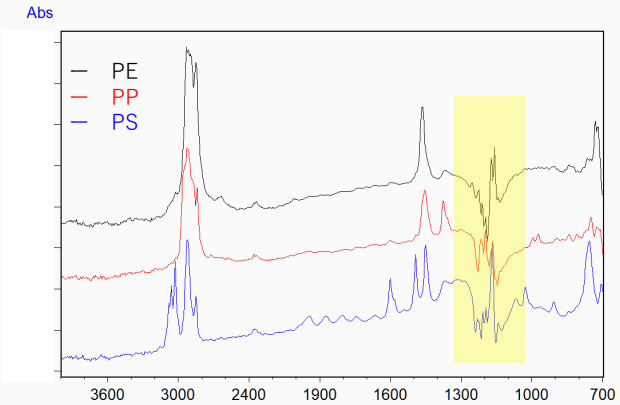


図 7　PTFE上のPE、PP、PSの赤外スペクトル

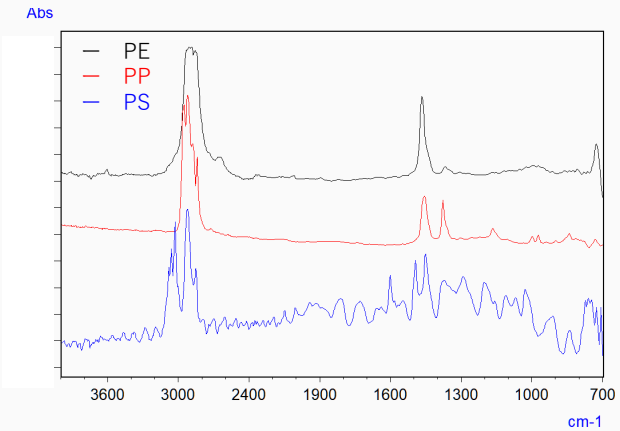


図 8　Au/PC上のPE、PP、PSの赤外スペクトル

粒子解析プログラムで各プラスチックに配色した結果を図9、一例としてSUSフィルター上の試料についての粒子解析の結果を図10に示します。粒子解析プログラムでは個数や長径、フェレ―径だけでなく、面積や体積、質量*4も算出することができます。粒子解析プログラムの詳細は[Application News No.01-00994-JP](#)をご参照ください。今回SUSフィルター上にはPSが26個、PPが21個、PEが1個検出され、長径20-40 μmの粒子が最も多く存在することがわかりました。

*4:質量と体積は、以下の論文にある理論式（（1）式[$\log_{10}$（M）=b・$\log_{10}$（S）+a]）に基づき計算されます。この理論式 はマイクロプラスチックのみを対象としています。なお、質量 の妥当性について当社は保証できません。

Tomoya Kataoka, Yota Iga, Rifqi Ahmad Baihaqi, et al. Geometric relationship between the projected surface area and mass of a plastic particle. Water Research. 2024;61:122061

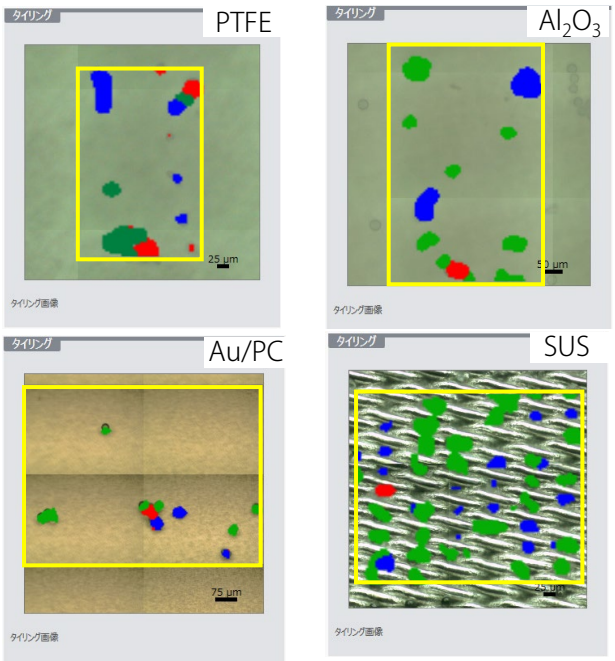
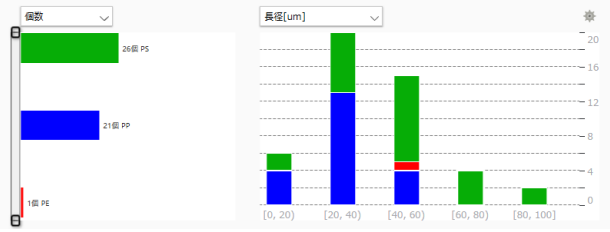


図 9　各フィルター上の粒子解析結果



ID	成分	類似度	短径[um]	長径[um]	最小フェレー径[um]	最大フェレー径[um]	面積[um2]	体積[um3]	質量[ug]
18	PP	723	10	10	10	13	100	2321	0.002089
19	PP	815	25	25	25	31	550	16210	0.014589
20	PP	772	10	15	10	17	150	3686	0.003317
21	PP	987	40	40	39	45	1125	36650	0.032985
22	PE	985	25	45	25	46	925	28072	0.026388
23	PS	928	65	75	65	99	2975	93410	0.099948
24	PS	840	10	30	10	31	250	5550	0.005938
25	PS	861	10	30	10	30	250	5550	0.005938
26	PS	930	61	172	61	172	5700	196026	0.209748
27	PS	918	35	40	34	46	1200	33180	0.035503
28	PS	913	55	85	55	91	3275	104221	0.111517

図 10　SUSフィルター上の粒子解析結果

■まとめ

今回はPFホルダを用いて、微小MPsの捕集に用いるフィルターの種類とそれぞれの特徴をまとめました。各フィルターには使用できる波数範囲やデータの取得方法に違いがあるため、特徴を理解して使用する必要があります。また、微小なMPs粒子を赤外顕微鏡で測定する際は、PFホルダを利用することで簡便にフィルターの平面を保持し、鮮明な画像と高精度な測定が可能になりました。さらには、高速マッピングプログラムと粒子解析プログラムを使用することで、マイクロプラスチック分析を正確かつ効率的に行うことができます。

＜参考文献＞

1)　環境省,「令和２年度 海洋ごみの実態把握及び生物影響把握等 に関する総合検討業務」
https://www.env.go.jp/content/900543555.pdf
(参照2025-09-08).

IRXross、IRTracer、およびAIMsight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。

株式会社 島津製作所　分析計測事業部
https://www.an.shimadzu.co.jp/　01-00976-JP　初版発行：2025年 10月

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
本文中に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

© Shimadzu Corporation, 2025

アンケート

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

関連分野

- 環境
- 化学
- マイクロプラスチック
- 水
- プラスチック-化学

- 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