

特点描述

- ◆ 使用 AIRSight 红外拉曼显微镜，可在不移动样品的情况下，于同一载物台上完成红外测定和拉曼测定。
- ◆ 根据大视野相机和红外测定用及拉曼测定用物镜取得的图像，可以测量样品长度。
- ◆ 可以正确鉴别环境中微塑料的材质。

简介

河流和海洋的微塑料污染在全球范围内不断扩大，对生物造成的影响令人担忧。近年来，对海洋进行了监控调查及研究，获取了世界很多国家的微塑料分布情况及其他科学问题。

排放至环境中的塑料暴露在紫外线、风、雨中，以及受到物理摩擦而变得脆弱，破碎之后变得更加细小，形成微塑料（上述微塑料称为次级微塑料）。

通常情况下，评价微塑料的项目包含观察外观、测量个数、尺寸以及鉴别材质等。在这些评价项目中，鉴别材质是确定产生微塑料来源的主要项目之一，由于微塑料尺寸逐年减小，需要选择适当的分析设备。不同尺寸的微塑料分析方法如图 1 所示。显微拉曼光谱法可测定比显微红外光谱法更小的尺寸，相比热分解气相色谱质谱分析法更简单。

本文介绍的 AIRSight 红外拉曼显微镜是一款在红外显微镜内部加入拉曼组件的全新显微镜，仪器外观如图 2 所示。红外拉曼显微镜可以在不移动样品的情况下，使用同一台仪器获得样品同一位置的红外光谱和拉曼光谱。本文将介绍使用 AIRSight 测定环境中微塑料的应用。



图2 IRXross™ (左)和AIRSight™ (右)的外观

用于测定的微塑料

水中的微塑料通过 PTFE（聚四氟乙烯）滤纸过滤，并收集在滤纸上（PTFE 仅在 1200 cm^{-1} 附近有红外吸收，微塑料可直接收集在滤纸上，利用透射法测定）。将收集在滤纸上的微塑料放置于 AIRSight 红外拉曼显微镜的载物台，进行了红外测定及拉曼测定。使用红外测定及拉曼测定用物镜拍摄的滤纸上微塑料图像如图 3 所示。本文共测定了 3 个不同尺寸的微塑料 (a)、(b)、(c)。

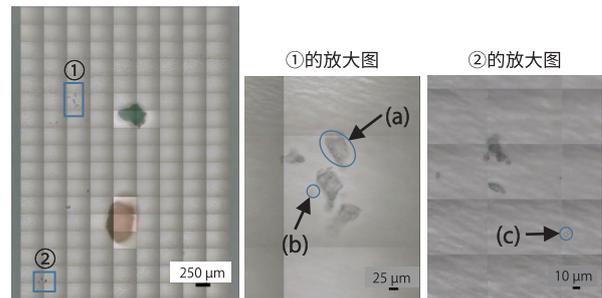


图3 使用物镜拍摄的微塑料图像

使用显微红外光谱法进行定性分析

利用红外显微透射法测定收集在滤纸上的微塑料 (a)。测定条件如表 1 所示。此外，获得的红外光谱，使用岛津独有的紫外线劣化塑料数据库进行检索，结果如图 4 所示。

表 1 测定条件

设备	: IRXross™、AIRSight
红外光谱测定	
分辨率	: 8 cm^{-1}
扫描次数	: 30
切趾函数	: Happ-Genzel
光圈大小	: $25\ \mu\text{m}$
检测器	: T2SL



图1 不同尺寸微塑料的分析方法

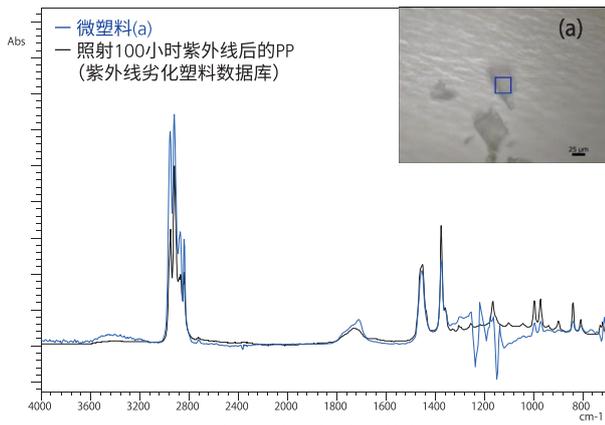


图4 滤纸上微塑料(a)的红外光谱

微塑料 (a) 与紫外线照射 100 小时后的 PP (聚丙烯) 具有类似的光谱。1200 cm^{-1} 附近的噪声是滤纸材料 PTFE 的吸收产生的。

■ 使用显微拉曼光谱法进行定性分析

拉曼显微镜可以测试红外显微镜无法测试的微小样品。使用物镜拍摄的微塑料 (b) 及 (c) 的图像如图 5 所示, 测定条件如表 2 所示, 测得到的拉曼光谱如图 6 所示。拉曼光谱法通常在 532 nm 激发波长下进行测定, 此处拉曼散射很强, 虽然可以获得足够的谱峰强度, 但是测定可以产生荧光的样品时会受到荧光的影响, 导致基线上升, 难以获得良好的数据。已知许多受紫外线照射老化的微塑料会在 532 nm 激发波长下产生荧光¹⁾, 因此本文在 785 nm 激发波长下进行了测定。在 785 nm 激发波长进行测定时, 与在 532 nm 激发波长进行测定时相比, 785 nm 测定具有受到荧光影响小的优点。

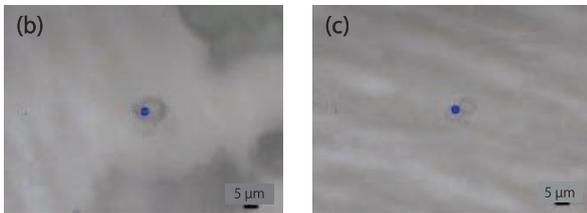


图5 使用物镜获得的微塑料图像

表 2 测定条件

设备	: IRXross、AIRSight
拉曼光谱测定	
扫描次数	: 40
曝光时间	: 5.0 sec
物镜	: 100 倍
激发波长	: 785 nm
检测器	: CCD

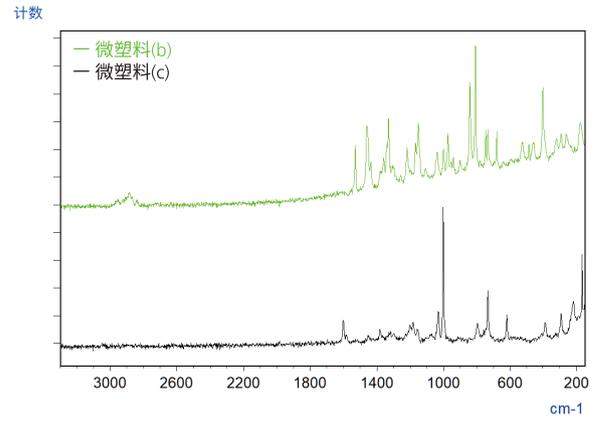


图6 滤纸上微塑料(b)及(c)的拉曼光谱

此处虽未标注检索结果, 但根据得到的拉曼光谱, 可知微塑料 (b) 为 PE (聚乙烯), 微塑料 (c) 为 PS (聚苯乙烯)。

■ 长度测量功能

使用测定的微塑料图像介绍 AIRSight 软件 AMsolution 的新功能, 即长度测量功能。针对大视野相机和红外测定及拉曼测定用物镜得到的样品图像, 可以设置起点和终点, 测量长度。操作界面如图 7 所示。使用本功能, 不仅可以获得微塑料的材质信息, 还可以获得尺寸信息。本文测定的微塑料 (a)、(b)、(c) 的长径分别为 97 μm 、10 μm 、5 μm 。

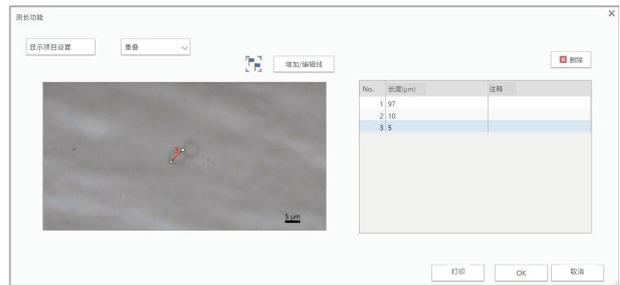


图7 长度测量功能的操作界面

■ 结论

本文使用 AIRSight 红外拉曼显微镜, 测定了不同尺寸的微塑料, 确定了其材质。使用显微红外光谱法可以测定最小 10 μm 的微小微塑料, 辅以显微拉曼光谱法, 还可以测定显微红外光谱法难以测定的 10 μm 以下的微小样品。此外, 针对这些测定结果, 使用长度测量功能, 不仅可以确定微塑料的材质, 还可以获得尺寸信息。

< 参考文献 >

- 1) 大泽善次郎: “化学发光法的原理和在高分子老化中的应用”, 材料生活, Vol.3, No.1, pp.32-39 (1991)

岛津应用云



AIRsight 和 IRXross 是岛津制作所株式会社或其相关公司在日本及其他国家 / 地区的商标。



岛津企业管理 (中国) 有限公司
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2022 年 11 月