

使用红外显微镜和滤膜支架测量滤膜上截留的微塑料

01-00976-cn

Kazumi Kawahara, Kazuki Sobue

特点描述

- ◆ 滤膜支架可保持滤膜平整，便于获得清晰的样品显微图像，从而提升颗粒分析的准确性。
- ◆ 将滤膜支架与高速 Mapping 程序及颗粒分析程序联用，可实现对微塑料的精准高效分析。

■ 引言

鉴于微塑料 (MPs, 粒径从几 μm 至 5 mm) 已被公认为海洋环境中的重要环境问题, 日本环境省已发布环境表层水中微塑料的前处理与测量指南¹⁻²⁾。

该指南提及使用傅里叶变换红外光谱仪 (FTIR) 通过衰减全反射法对塑料进行鉴定; 同时推荐对较小尺寸微塑料使用红外显微镜或拉曼显微镜仪器进行分析。

近年来, 越来越多的研究开始聚焦于分析小于 100 μm 微细微塑料。使用红外 / 拉曼显微镜测量微塑料样品时, 需将微塑料颗粒分散并截留于滤膜上。在显微红外测试中, 尽管多种类型滤膜均可满足基本测试要求, 但不同材质滤膜的特性不同; 若滤膜在干燥或测量过程中无法保持水平, 可能会产生褶皱或翘曲, 从而影响测量精度。为此, 我们开发了一种可直接安装于红外显微镜样品台上的滤膜支架, 以保持滤膜平整。本文将介绍使用 AIMsight 红外显微镜 (图 1) 及滤膜支架评估常见滤膜性能并测量微塑料标准样品的应用实例。



图 1: IRXross 傅立叶变换红外光谱仪 (左) 与 AIMsight 红外显微镜 (右)

■ 滤膜选择

表 1 列出了用于富集微塑料的典型滤膜的特性。滤膜直径越大, 过滤速度越快, 微塑料重叠越少, 但测量区域随之扩大, 可能需要花费更多时间在滤膜上搜寻目标微塑料颗粒, 从而延长测量时间。

表 1: 不同种类滤膜的特性对比

滤膜	材质	孔径 (μm)	测量方法 ^{*1}	价格	备注	过滤时间 (s) ^{*2}	测量波数范围 ^{*3}
PTFE	聚四氟乙烯	0.45	透射	廉价	干燥时易产生褶皱	30	4000 ~ 1300 cm^{-1} 1000 ~ 700 cm^{-1}
SUS	不锈钢	8	透射 / 反射 (与孔径尺寸有关)	中等	干燥时不易起皱; 但容易翘曲; 优异的耐久性、可高温处理和清洗	2	4000 ~ 700 cm^{-1}
Au/PC	镀金聚碳酸酯	0.8	反射	昂贵	表面平整度高、反射率高	12	4000 ~ 700 cm^{-1}
Al_2O_3	氧化铝	0.2	透射	昂贵	质地坚硬, 不易起皱和变形, 表面平整度高; 但脆性大, 易碎	53	4000 ~ 1200 cm^{-1}

*1: 岛津推荐的测量方法

*2: 参考值是通过将 1 mL 分散在纯水中的标准微塑料经直径 13 mm 滤膜抽滤后获得, 该数值取决于溶液中颗粒的浓度和粒径。

*3: 测量波数范围是基于红外显微镜检测区间 (700 ~ 4000 cm^{-1})。

13 mm 和 25 mm 直径滤膜通常最为常用。滤膜孔径需根据目标微塑料粒径进行选择: 孔径越小, 可截留颗粒粒径越小, 但过滤时间通常更长 (表 1 列出了分散于纯水中的标准微塑料的参考过滤时间)。红外测量波数范围也与滤膜材质密切相关, 图 2 展示了几种滤膜的红外透射率数据。

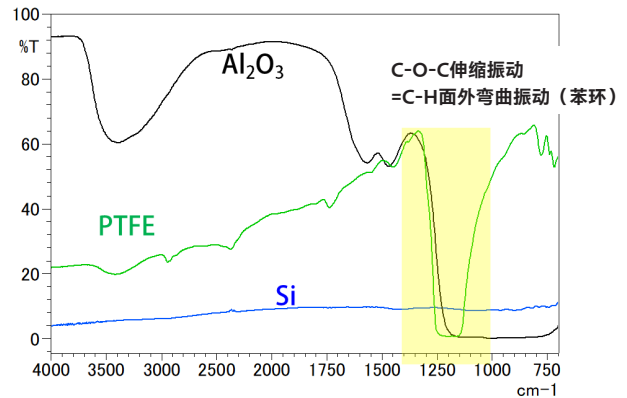


图 2: 常用滤膜的红外透射率数据

聚四氟乙烯 (PTFE) 滤膜在 1200 cm^{-1} 附近存在特征本底吸收峰, 易与聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 等微塑料的 C-O-C 伸缩振动峰重叠, 导致某些情况下目标特征峰难以清晰识别。同理, 氧化铝 (Al_2O_3) 膜会在 1200 至 700 cm^{-1} 范围内具有红外吸收, 这可能使聚苯乙烯 (PS) 红外谱图中 =C-H 面外弯曲 (苯环) 峰难以识别。此外, 对于不锈钢滤膜, 则需根据孔径尺寸选用透射法或反射法。因此, 需根据滤膜特性与待测微塑料种类来选择合适的滤膜。

■ 滤膜支架

滤膜支架用于固定和支撑滤膜，保持滤膜平整，便于精准聚焦其表面，从而提升颗粒分析的准确性。该支架适用树脂类滤膜和金属滤膜，可有效抑制树脂类滤膜（如 PTFE 滤膜）干燥过程中的褶皱，以及金属滤膜（如不锈钢滤膜）的翘曲，确保表面平整，提升测量精度。

现有两种规格的滤膜支架套装，分别适配 13 mm 和 25 mm 直径的滤膜。套装主要包括样品基座、滤膜支架（下托和上盖）及滤膜安装座。上盖采用磁吸卡扣设计，便于滤膜取放和与固定。（滤膜支架）下托正面为凸面结构，可将树脂类等柔性滤膜上的褶皱撑开展平；背面为平面设计，用于固定和支撑金属等硬质材料滤膜。图 3 为使用下托正面来固定 PTFE 滤膜的照片。



图 3：（滤膜支架）下托正面固定 PTFE 滤膜的照片

PTFE 滤膜在干燥时易产生褶皱，限制红外显微镜的对焦区域，难以在大范围内获得清晰图像。若大片区域失焦，将影响颗粒物识别，降低采集数据准确性。将抽滤后湿润状态的 PTFE 滤膜置于滤膜支架上，再进行干燥处理，可保持滤膜表面平整，获得大面积清晰对焦的显微图像，便于颗粒物观察，提高测量精度。图 4 为干燥过程中使用与未使用滤膜支架的 PTFE 滤膜单点对焦光学拼接图像对比，使用支架时图像在大范围内清晰对焦，颗粒物更易于观察。

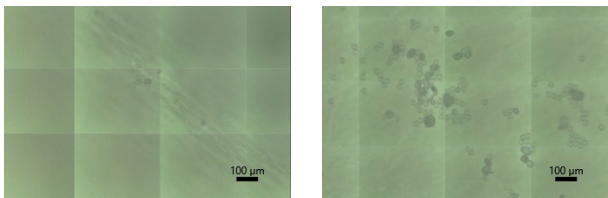


图 4：PTFE 滤膜上微塑料的光学图像（由 15 倍卡塞格林物镜拍摄）
左侧：未使用滤膜支架；右侧：使用滤膜支架

■ 微塑料测试实例

取粒径小于 100 μm 的聚苯乙烯（PS）、聚乙烯（PE）和聚丙烯（PP）颗粒（经 100 μm 筛网筛分获得）分散于纯水中，分别采用聚四氟乙烯（PTFE）、氧化铝（Al₂O₃）、金膜（Au/PC）和不锈钢滤膜（SUS）对其进行抽滤以截留颗粒物（滤膜参数详见表 1）。随后将滤膜（湿润状态）放置到滤膜支架上，经干燥处理后待测。图 5 展示了安装于红外显微镜中的滤膜支架。测量参数设置如表 2 所示。PTFE 滤膜和氧化铝膜采用透射法测量，而不锈钢滤膜和金膜则采用反射法测量。在此次测量所使用的高速 Mapping 程序中，设定 3400 ~ 2400 cm⁻¹ 为特征峰检测范围，用于检测碳氢化合物（C-H）信号。若该范围内存在特征峰，将按指定扫描次数对设定光谱范围进行重复扫描，而初次扫描判定不存在样品的点位将被跳过，从而在保证结果可靠性的前提下显著缩短测量时间。图 6 展示了含微塑料样品的几种常见滤膜的光学拼接图像，其中黄色框标记区域为实际测量区域。有关高速 Mapping 程序的更多信息，请参阅 [应用报告 No. 01-01001-EN](#)。

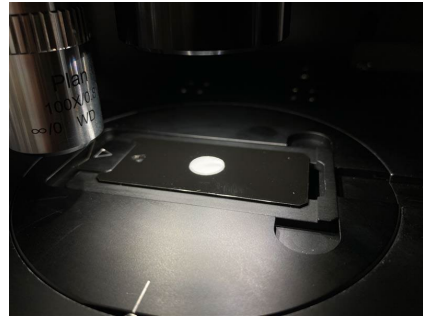


图 5：安装于红外显微镜中的滤膜支架

表 2：测量条件

仪器：	AIMSight 红外显微镜
软件程序：	高速 Mapping 程序和颗粒分析程序
光谱分辨率：	8 cm ⁻¹
扫描次数：	50 次
切趾函数：	SqrTriangle
光阑尺寸：	20 μm × 20 μm
步长：	20 μm
成像区域：	PTFE: 480 × 400 μm Al ₂ O ₃ : 360 × 560 μm Au/PC: 780 × 500 μm SUS: 480 × 400 μm
检测器：	液氮制冷 T2SL 检测器
高速 Mapping 参数设置	
噪声水平：	PTFE、Al ₂ O ₃ 、Au/PC: 0.05, SUS: 0.1
阈值：	PTFE、Au/PC: 0.5, Al ₂ O ₃ : 0.1, SUS: 0.2
排除范围：	4000 ~ 3400 cm ⁻¹ 和 2400 ~ 700 cm ⁻¹

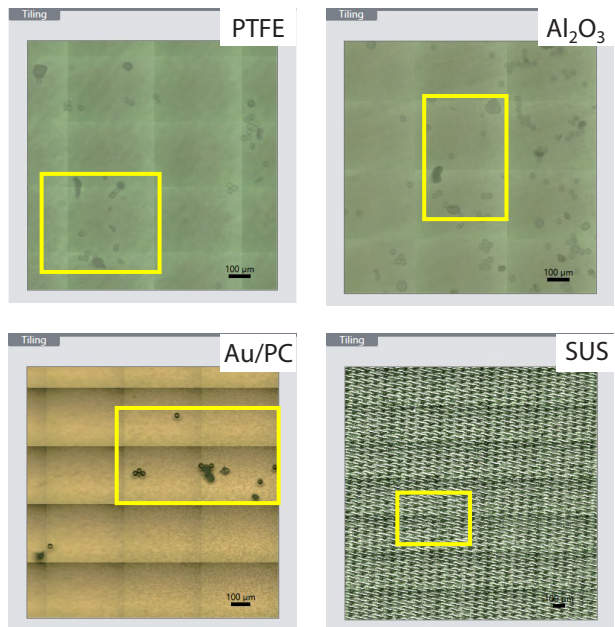


图 6：含微塑料样品的几种常见滤膜的光学拼接图像

高速 Mapping 程序获取的红外光谱示例见图 7 和图 8。图 7 显示，采用 PTFE 滤膜收集时，三种塑料的红外光谱特征均可充分识别。然而，该滤膜在 1200 cm^{-1} 波段存在本底红外吸收，导致该波段处样品相关信号无法采集，从而降低了检索匹配度。此外，金膜上的 PS 颗粒产生了干涉条纹，这也降低了检索匹配度。

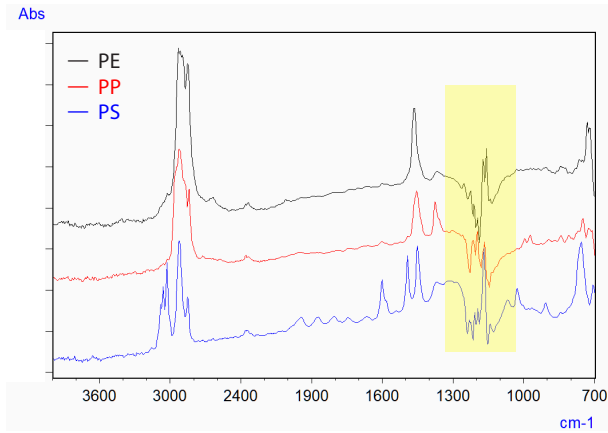


图 7: PTFE 滤膜上 PE、PP 和 PS 颗粒的红外光谱图

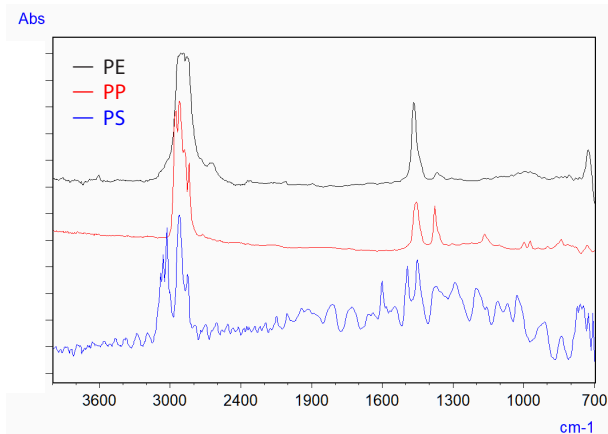


图 8: 金膜上 PE、PP 和 PS 颗粒的红外光谱图

采用颗粒分析程序对不同类型塑料的检测结果进行可视化标识，将各成分以不同颜色显示（图 9）。例如，图 10 展示了不锈钢滤膜上样品的颗粒分析结果。该程序不仅能计算颗粒数量、长轴和费雷特直径，还可测定面积、体积和质量^{*4}。有颗粒数据分析程序的更多信息，请参阅应用报告 01-00994-EN。本示例结果显示，检测到 26 个 PS 颗粒、21 个 PP 颗粒和 1 个 PE 颗粒，且颗粒长轴于 20 ~ 40 μm 区间分布最多。

*4 质量和体积采用文献中的理论公式来计算（公式 (1)

$$[\log_{10}(M) = b \cdot \log_{10}(S) + a]$$

公式仅限微塑料

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;261:122061.

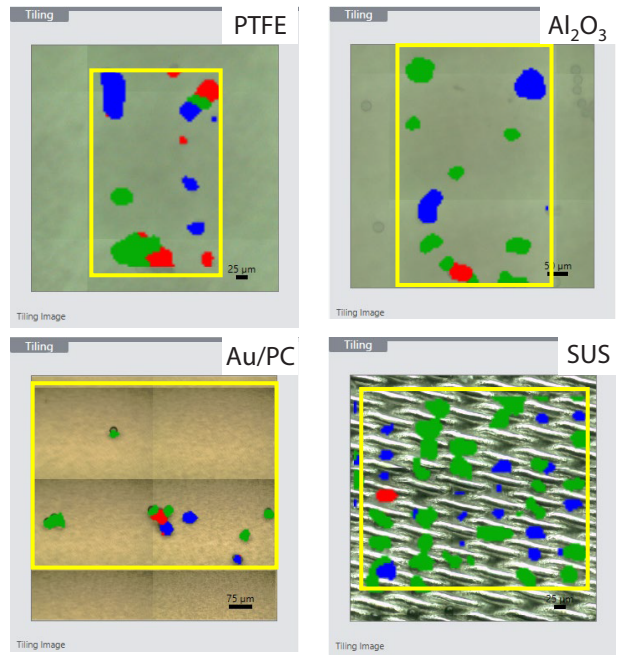


图 9: 使用颗粒分析程序对几种常见滤膜上颗粒进行分析的结果



图 10: 使用颗粒分析程序对不锈钢滤膜上颗粒进行分析的结果

结论

本文介绍了适配不同类型滤膜的专用支架使用方法，并总结了多种常见滤膜的特性。由于不同材质滤膜的透光范围和红外测量方法存在差异，使用时需充分了解其特性。研究结果表明，使用滤膜支架可保持滤膜平整，便于红外显微镜观测微塑料颗粒时获得清晰光学图像，提高测量精度；结合高速 Mapping 程序与颗粒分析程序，可实现微塑料的精准、高效分析。

参考文献

- 1) Ministry of the Environment, Japan. Guidelines for River Microplastic Monitoring Methods. July 2021. https://www.env.go.jp/en/water/marine_litter/guidelines/Guidelines_for_River_Microplastic_Monitoring_Methods_Marge.pdf
- 2) Ministry of the Environment, Japan. Guidelines for Harmonizing Ocean Surface Microplastic Monitoring Methods (Version 1.2). May 2023. <https://www.env.go.jp/content/000170024.pdf>

岛津应用云

相关视频

- 1) [Perform Microplastics Analysis More Quickly and Accurately](#)



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。

> 请填写调查问卷

相关产品 某些产品可能更新为更新的型号。



相关解决方案

> 环境

> 微塑料

> 水

> 化学品

> 塑料

> 价格咨询

> 产品咨询

> 技术服务 / 支持咨询

> 其他咨询