

Phân tích vi nhựa chính xác trong nước uống đóng chai

Sử dụng hệ thống phân tích hình ảnh hóa học
Agilent 8700 LDIR



Tác giả

Subharthe Samandra và
Bradley Clarke
Phòng thí nghiệm Úc về
các chất ô nhiễm mới nổi,
Khoa Hóa, Viện Khoa học,
Trường ĐH Melbourne,
Bang Victoria, Úc

Wesam Alwan
Agilent Technologies,
Mulgrave, Úc

Tóm tắt

Hạt vi nhựa được định nghĩa như là phân tử nhựa nhỏ có kích thước từ 1 μm đến 5 mm.

Do việc quản lý chất thải chưa hiệu quả và tình trạng ô nhiễm nhựa, vi nhựa hiện đã được ghi nhận là xuất hiện phổ biến trong môi trường.^{1,2} Tuy nhiên, các con đường phơi nhiễm vi nhựa qua chế độ ăn uống vẫn chưa được hiểu đầy đủ. Lượng tiêu thụ nước đóng chai được ước tính tăng 7% mỗi năm, với tổng mức tiêu thụ trung bình toàn cầu dự kiến đạt 513 tỷ lít vào năm 2025.³ Nghiên cứu này cho thấy cách [hệ thống phân tích hình ảnh hóa học Agilent 8700 LDIR](#) có thể xác định và định lượng chính xác sự hiện diện của vi nhựa trong nước uống đóng chai. Nghiên cứu này cũng chỉ ra khả năng của [máy quang phổ Agilent Cary 630 FTIR](#) trong việc khám phá nguồn gốc của sự ô nhiễm vi nhựa.

Giới thiệu

Sản xuất nhựa gia tăng theo cấp số nhân đã dẫn đến sự gia tăng tương ứng của ô nhiễm nhựa trong môi trường.⁴ Hầu hết các loại nhựa phân hủy thành những mảnh nhỏ hơn (còn được gọi là vi nhựa), khiến chúng dễ dàng được hấp thụ hơn. Các nghiên cứu gần đây, trong đó 259 mẫu nước uống đóng chai được xử lý, đã chỉ ra rằng 93% trong số đó có dấu hiệu ô nhiễm vi nhựa.⁵ Thông thường, vỏ chai nước uống bằng nhựa được làm từ polyethylene terephthalate (PET) hoặc PET tái chế, với nắp làm từ polypropylene hoặc polyethylene.

Trong bản tin ứng dụng này, quy trình phân tích hạt vi nhựa tự động trong phần mềm Agilent Clarity và hệ thống LDIR (Hình 1) đã được sử dụng để xác định vi nhựa có mặt trong hai thương hiệu nước uống đóng chai thương mại. Để xác định nguồn gốc của sự ô nhiễm, máy quang phổ Agilent FTIR Cary 630 cùng mô-đun phản xạ toàn phần suy giảm (ATR) bằng kim cương (Hình 2) được sử dụng để xác định loại polymer cho từng thương hiệu (chai và nắp).



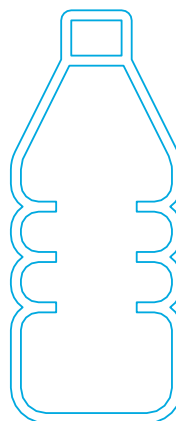
Hình 2. Máy quang phổ Agilent FTIR Cary 630 với mô-đun ATR bằng kim cương.

Thí nghiệm

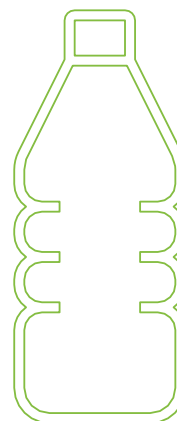
Hai thương hiệu nước uống đóng chai có sẵn trên thị trường (Hình 3) đã được mua từ một siêu thị địa phương.



Hình 1. Hệ thống phân tích hình ảnh Hóa học Agilent LDIR 8700 cho phép phân tích vi nhựa định kỳ với tốc độ cao, bao gồm số lượng hạt có mặt trong mẫu, kích thước và thành phần hóa học của chúng.



Thương hiệu A
Thể tích: 600 mL
Giá: 3.20 AUD



Thương hiệu B
Thể tích: 600 mL
Giá: 0.90 AUD

Hình 3. Chi tiết về các thương hiệu nước uống đóng chai được sử dụng trong nghiên cứu này.

Chuẩn bị mẫu

Hai chai nước uống (600 mL) được lọc qua các bộ lọc màng Sterlitech polyester (PETG) phủ vàng, kích thước 0,8 μm , lớp phủ 100/0 nm, đường kính 25 mm. Để đảm bảo các hạt vi nhựa có mặt đều được thu thập, bên trong chai và phiếu được rửa một lần sử dụng nước không chứa vi nhựa. Để ngăn ngừa bộ lọc màng phủ vàng bị biến dạng, phương pháp lọc chân không bằng frit kính lỗ nhỏ đã được sử dụng. Vì bộ lọc chân không bằng thủy tinh xốp có lỗ nhỏ sở hữu mật độ lỗ cao và cấu trúc rắn chắc, nên nó giúp áp suất chân không phân bố đều hơn. Khi quá trình lọc hoàn tất, bộ lọc màng phủ vàng được lấy ra nhẹ nhàng bằng nhíp và đặt đều lên giá đỡ kính. Sau đó, vòng vàng được siết chặt để đảm bảo bề mặt bộ lọc phẳng đều, như được minh họa trong Hình 4.

Hệ thống phân tích hình ảnh hóa học LDIR 8700

Hệ thống phân tích hình ảnh hóa học được điều khiển bằng phần mềm Clarity, đã được sử dụng trong nghiên cứu này. Hai bộ lọc màng polyester (PETG) phủ vàng chứa các hạt vi nhựa từ mỗi mẫu đã được phân tích bằng Agilent 8700 LDIR sử dụng phương pháp Phân tích Hạt hoàn toàn tự động trong phần mềm Clarity. Các thông số thiết lập phương pháp được sử dụng để thu thập dữ liệu được trình bày trong Bảng 1. Tất cả các thông số của thiết bị đều được cài đặt theo thiết lập mặc định của thiết bị.



1. Đặt bộ lọc bằng nhíp được cung cấp.



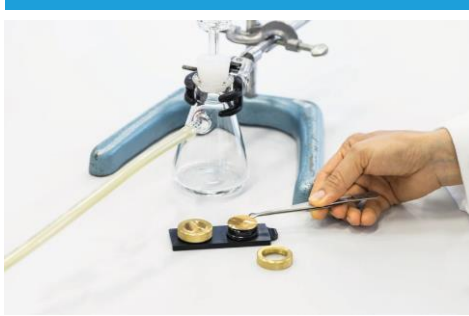
2. Đặt phiếu vào vị trí.



3. Cố định bộ lọc bằng kẹp.



4. Lọc mẫu.



5. Đặt bộ lọc lên trên bề nâng.



6. Lắp và vặn vòng giữ bằng đồng thau.

Hình 4. Thiết bị lọc mẫu và các bước chuẩn bị mẫu cho phân tích trên màng lọc bằng LDIR.

Thiết bị FTIR Cary 630 kèm theo mô-đun ATR

Máy quang phổ Cary FTIR tích hợp mô-đun ATR kim cương được sử dụng để xác định nguồn gốc của hạt vi nhựa có trong nước uống đóng chai. Các mẫu (~5 mm) từ cả thân chai và nắp chai của mỗi thương hiệu được đo trực tiếp bằng mô-đun ATR và được xác định dựa trên thư viện polymer do người dùng tạo. Thư viện phổ này chứa các phổ ATR của những loại polymer phổ biến nhất được sử dụng trong ngành công nghiệp nhựa. Thư viện này được phát triển do sử dụng Bộ mẫu Polymer (Polymer Sample Kit) của Scientific Polymer Products, Inc. (mã số catalog 205; số lô 600801012), bao gồm các loại polymer: polystyrene, polypropylene, polyethylene mật độ cao và thấp, polyethylene terephthalate, polyvinyl chloride, polycarbonate, poly (methyl methacrylate), polyoxymethylene, polyamides và polytetrafluoroethylene. Phương pháp tìm kiếm thư viện được sử dụng bằng cách áp dụng thuật toán tìm kiếm sự tương đồng với các tham số được trình bày trong Bảng 2.

Kết quả và thảo luận

Phương pháp Phân tích Hạt trong phần mềm Clarity sử dụng cả hai chế độ quét điểm và quét diện rộng của LDIR. Chế độ quét được sử dụng trước tiên để quét nhanh vùng mẫu đã chọn (~16 mm đường kính cho mỗi màng lọc) tại một bước sóng duy nhất nhằm xác định vị trí các hạt và xác định ranh giới của từng hạt (Hình 5). Sau khi các hạt được xác định vị trí, hệ thống LDIR sẽ di chuyển tự động và nhanh chóng đến từng hạt và thu phổ đầy đủ trên toàn dải bước sóng (chế độ quét rộng trong vùng đầu vân tay của miền hồng ngoại giữa). Sau đó, các phổ được so sánh theo thời gian thực với thư viện phổ Microplastics Starter 2.0. Phổ khớp tốt nhất đã được xác định và ghi nhận cho từng hạt riêng lẻ.

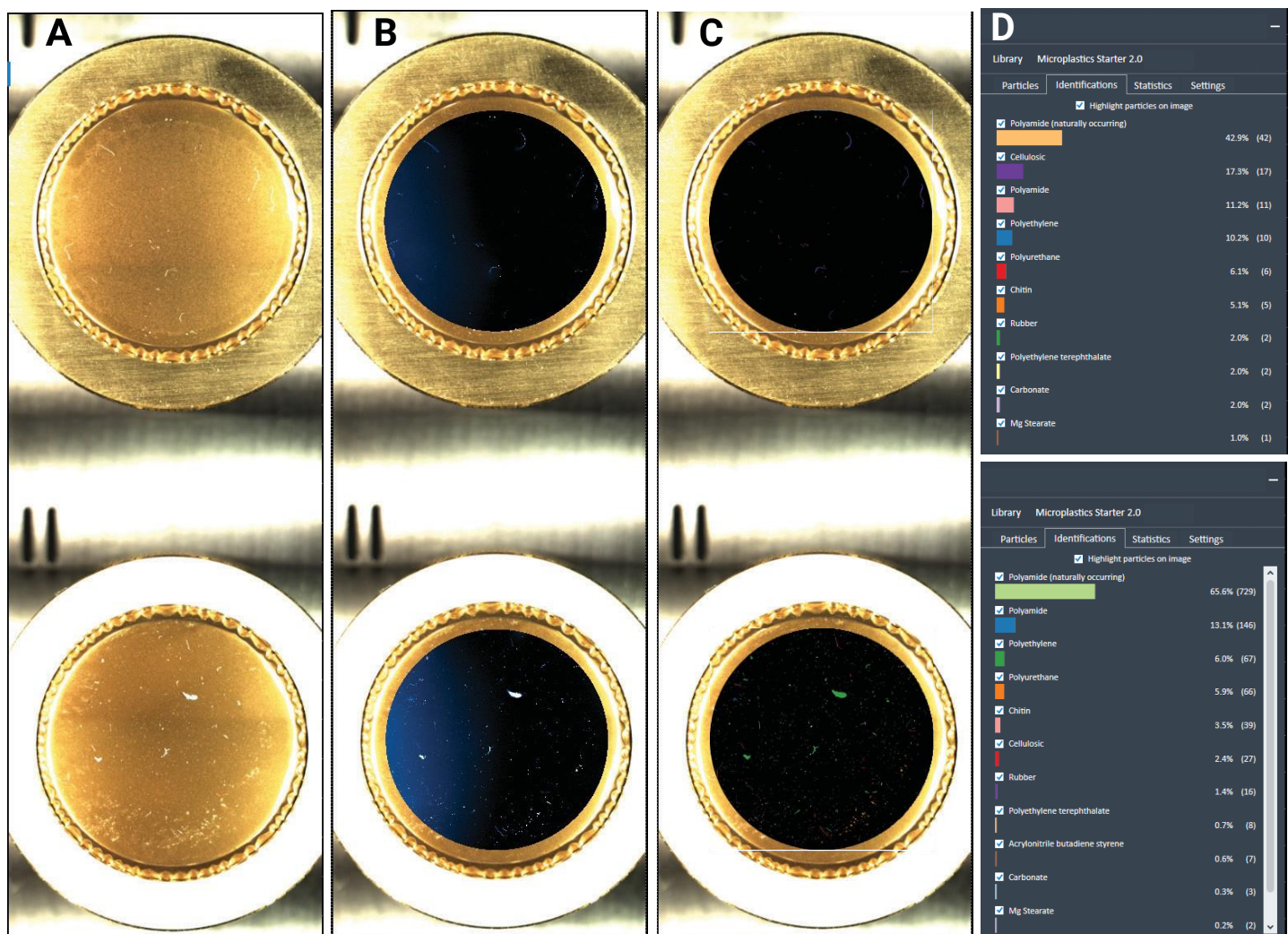
Đối với thương hiệu A, tổng cộng 98 hạt đã được phát hiện, tuy nhiên chỉ có bốn hạt vi nhựa được xác định với chỉ số độ khớp phổ lớn hơn 0.8 (kích thước trong khoảng từ 20 đến 100 µm, Hình 6). Các hạt còn lại hoặc là polymer nhựa với chỉ số độ khớp phổ nhỏ hơn 0.8, hoặc là các hạt không phải vi nhựa như polyamide có nguồn gốc tự nhiên và các vật liệu có nguồn gốc cellulose. Đối với thương hiệu B, số lượng hạt được phát hiện nhiều hơn (tổng cộng 1.112 hạt), nhưng chỉ có 33 hạt được xác định là vi nhựa (kích thước từ 20 đến 703 µm) dựa trên các tiêu chí báo cáo đã đề cập trước đó.

Bảng 1. Các tham số sử dụng cho phương pháp phân tích tự động vi nhựa bằng Hệ thống Hình ảnh Hóa học Agilent 8700 LDIR.

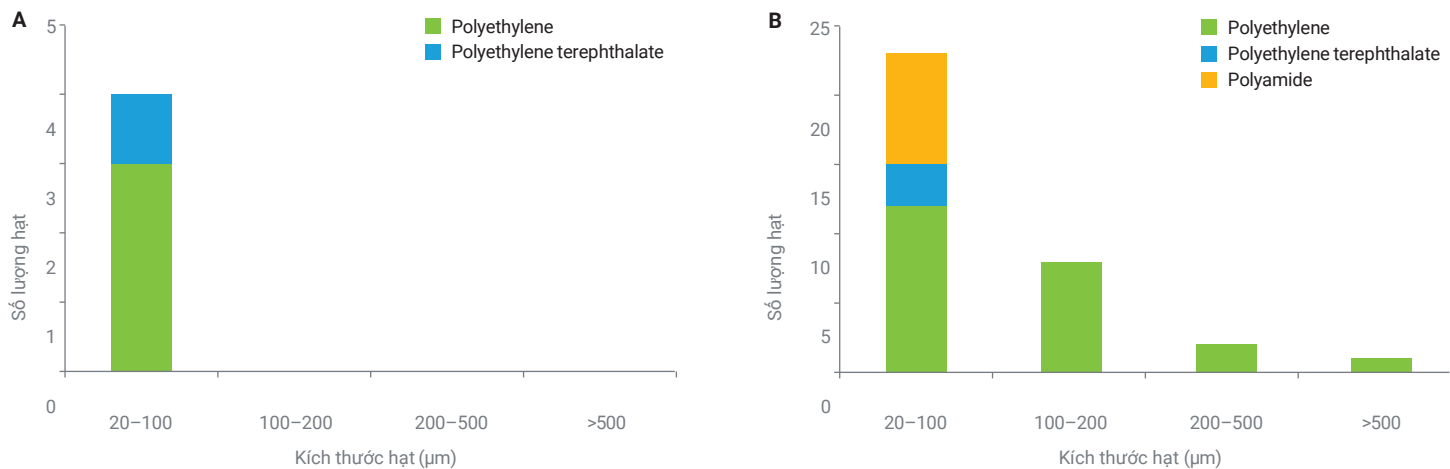
Tham số	Cài đặt
Method	Particle Analysis
Library Used	Microplastics Starter 2.0 ⁶⁷
Auto Scan	On
Collect Visible Images	Yes
Particle Sensitivity	Automatic
Hit Quality Index Ranges	Hit quality mô tả mức độ tương đồng giữa phổ của mẫu và phổ trong thư viện tham chiếu. Trong thí nghiệm này, các mức phân loại (tức là cách đặc trưng mức độ trùng khớp phổ theo các mức 'cao', 'trung bình' và 'thấp') được thiết lập như sau: – Low confidence (0.65 đến 0.75) – Medium confidence (0.75 đến 0.85) – High confidence (0.85 đến 0.99) Bất kỳ hạt nào nằm ngoài khoảng này (tức là <0,65) đều được phân loại là "undefined"
Size Classification Range (µm)	0–30 30–50 50–100 100–200 200–300 300–500 >500
Scan Speed	Default (8)
Sweep Speed	Default (3, high speed)
Sweep Speed	0
Polarization	Default (0)
Attenuation (%)	Default (0)/Auto

Bảng 2. Các tham số hoạt động của Agilent Cary 630 FTIR–ATR.

Tham số	Cài đặt
Method	Library search
Library Used	User-generated polymers library
Search Algorithm	Similarity
Spectral Range	4,000 to 650 cm ⁻¹
Background Scans	64
Sample Scans	64
Spectral Resolution	4 cm ⁻¹
Background Collection	Air
Color-Coded Confidence Level Thresholds	Green (high confidence): >0.97 Yellow (medium confidence): 0.95 to 0.97 Red (low confidence): <0.95



Hình 5. Dữ liệu nhận diện và phân loại vi nhựa trong hai thương hiệu A (trên) và B (dưới), được phân tích trực tiếp trên màng lọc polyester mạ vàng bằng hệ thống Agilent LDIR 8700. (A) Hình ảnh hiển thị của cả hai bộ lọc. (B) Hình ảnh hồng ngoại được quét tại bước sóng 1.442 cm^{-1} của cả hai màng lọc. (C) Các hạt vi nhựa được làm nổi bật — các hạt được tô màu dựa trên loại vi nhựa được xác định trên cả hai màng lọc. (E) Dữ liệu thống kê tự động được tạo dựa trên kết quả nhận diện vi nhựa trong hai thương hiệu.



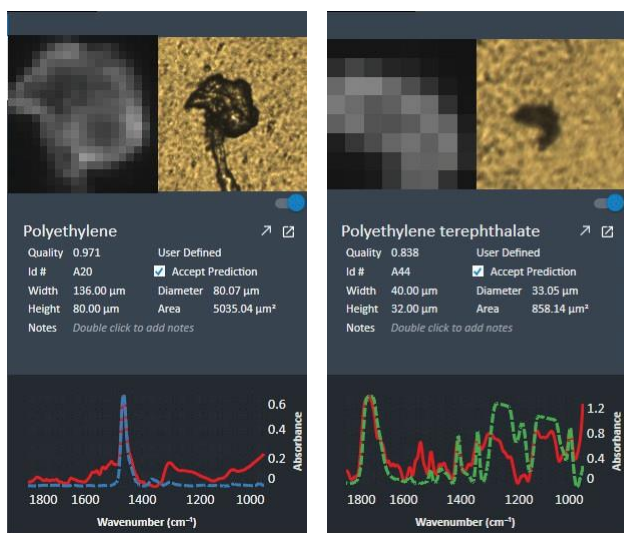
Hình 6. Số lượng hạt, khoảng kích thước và các loại hạt được xác định trong (A) thương hiệu A và (B) thương hiệu B bằng hệ thống phân tích hình ảnh hóa học Agilent LDIR 8700.

Vi nhựa PE và PET được xác định là chất ô nhiễm ở cả hai thương hiệu. Thương hiệu A chứa 3 hạt PE (chiếm 75%) và một hạt PET (chiếm 25%), và thương hiệu B chứa 23 hạt PE (chiếm 69%) và 3 hạt PET (chiếm 9%), như được thể hiện trong hình 7. Ngoài ra, thương hiệu B cho thấy sự nhiễm bẩn với tám hạt PA (24%). Bên cạnh đó, các hạt không phải vi nhựa cũng được phát hiện trong cả hai mẫu với chỉ số chất lượng cao (Hình 8).

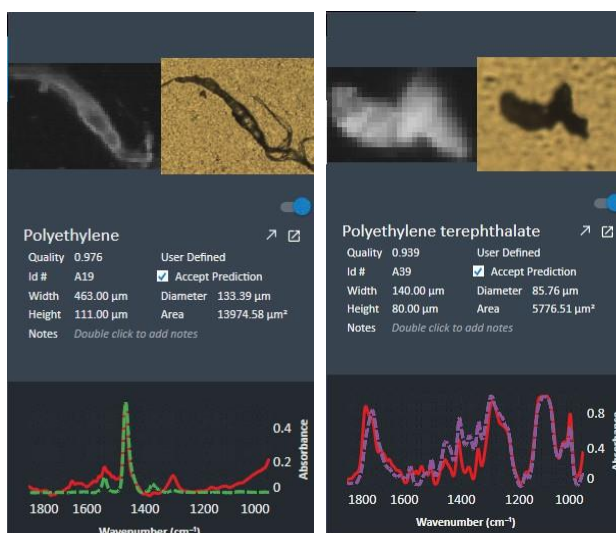
Phân tích nguồn gốc vi nhựa bằng Cary 630 FTIR

Như mô tả trong phần thực nghiệm, thiết bị quang phổ FTIR

Cary 630 với đầu dò ATR được sử dụng để điều tra nguồn gốc của vi nhựa có trong cả hai thương hiệu. Loại polymer của chai trong cả 2 thương hiệu được xác định là PET với chỉ số độ khớp phổ lần lượt là 0.98027 và 0.97496, như thể hiện trong Hình 9. Kết quả được mã hóa màu dựa trên các ngưỡng mức độ tin cậy do người dùng xác định (xem Bảng 2). Trong khi nắp của hai thương hiệu A và B được xác định là PE mật độ cao, với chỉ số độ khớp phổ lần lượt là 0.98571 và 0.98914, như thể hiện trong Hình 10. Thiết bị quang phổ FTIR Cary 630 được điều khiển bằng [phần mềm Agilent MicroLab trên máy tính](#), sử dụng giao diện đồ họa để hướng dẫn người dùng qua các bước phân tích, từ việc đưa mẫu vào đến khi báo cáo kết quả (Hình 11).

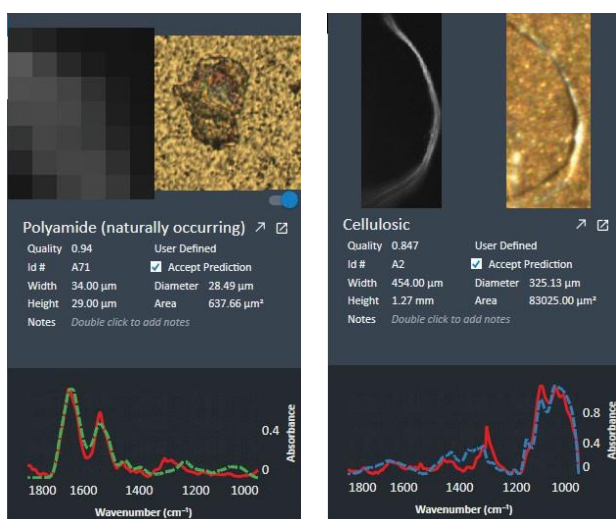


Thương hiệu A

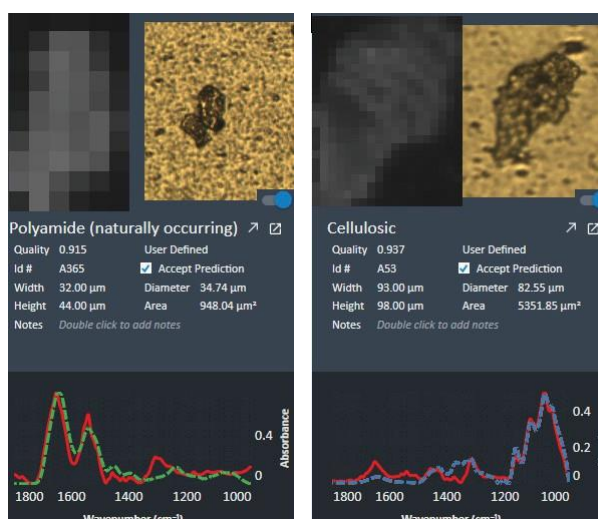


Thương hiệu B

Hình 7. Ví dụ về vi nhựa (PE và PET) được xác định trong cả hai thương hiệu A và B.



Thương hiệu A



Thương hiệu B

Hình 8. Ví dụ về hạt không phải vi nhựa (polyamide tự nhiên và vật liệu có nguồn gốc cellulose) được xác định trong cả hai thương hiệu A và B.

Thương hiệu A



Thương hiệu B



Hình 9. Phân tích định tính vỏ chai bằng máy quang phổ Agilent FTIR Cary 630 (đường màu đỏ) và kết quả đối chiếu thư viện (đường màu xanh). Bảng hiển thị chỉ số độ trùng khớp, thư viện sử dụng và tên mẫu đối chiếu cho cả hai thương hiệu A và B.

Thương hiệu A



Thương hiệu B



Hình 10. Phân tích định tính nắp chai bằng máy quang phổ Agilent FTIR Cary 630 (đường màu đỏ) và kết quả đối chiếu thư viện (đường màu xanh). Bảng hiển thị chỉ số độ trùng khớp, thư viện sử dụng và tên mẫu đối chiếu cho cả hai thương hiệu A và B.



Hình 11. Quy trình làm việc trực quan của phần mềm Agilent MicroLab PC giúp việc tìm kiếm kết quả với máy quang phổ FTIR Agilent Cary 630 trở nên đơn giản. Phần mềm có hướng dẫn bằng hình ảnh cũng giúp giảm nhu cầu đào tạo và hạn chế rủi ro sai sót do người dùng.

Kết quả nhận dạng cho chai và nắp của cả hai thương hiệu phù hợp với dữ liệu thu được từ hệ thống phân tích hình ảnh hóa học Agilent LDIR 8700. Do đó, sự xuất hiện nhiều PE trong cả hai mẫu có thể do quá trình mở và đóng chai nước gây ra. Điều này cũng đã được Samandra và cộng sự (2022) ghi nhận như một nguồn có khả năng.⁸ Nguồn gốc gây xuất hiện polyamide (PA) vẫn chưa được xác định một cách rõ ràng, tuy nhiên, có thể bắt nguồn từ bao bì chai, nguồn nước, hoặc quá trình lấy mẫu bị nhiễm bẩn. Tuy nhiên, cần thực hiện thêm các nghiên cứu để xác định rõ nguồn gốc thực sự của nó.

Kết luận

Sử dụng khả năng phân tích trực tiếp trên màng lọc của Hệ thống phân tích hình ảnh hóa học Agilent LDIR 8700, tổng cộng đã phát hiện được 4 và 33 hạt vi nhựa trong hai thương hiệu A và B tương ứng, với chỉ số độ khớp phổ lớn hơn 0,80. PE và PET là hai loại polymer được phát hiện thường xuyên nhất ở cả hai thương hiệu. Mức độ chính xác và độ tin cậy cao trong việc nhận diện PET, PE cũng như các hạt không phải vi nhựa đã đạt được trên màng lọc mạ vàng. Quy trình làm việc tự động của Hệ thống phân tích hình ảnh hóa học Agilent LDIR 8700 hỗ trợ việc xác định chính xác vi nhựa trên nhiều loại nền mẫu khác nhau, đặc biệt hiệu quả khi xử lý số lượng mẫu lớn với tốc độ nhanh.

Nghiên cứu này cho thấy rằng quy trình chuẩn bị mẫu bằng phương pháp lọc chân không kết hợp với phân tích LDIR mang lại hiệu quả cao trong phân tích vi nhựa và giúp tiết kiệm đáng kể thời gian. Phương pháp phân tích trực tiếp trên màng lọc bằng LDIR yêu cầu ít thao tác xử lý mẫu hơn, từ đó giảm nguy cơ nhiễm bẩn mẫu, đồng thời cung cấp độ chính xác cao và tăng thông lượng mẫu.

Ngoài ra, máy quang phổ Agilent FTIR Cary 630 mang đến một giải pháp đơn giản để xác định nguồn gốc của vi nhựa thông qua phân tích nhận diện polymer. Bản tin ứng dụng này cho thấy tính linh hoạt của FTIR Cary 630 trong việc định danh polymer, với mô-đun lấy mẫu và phương pháp được thiết kế phù hợp với từng ứng dụng cụ thể. Phần mềm Agilent MicroLab PC có giao diện trực quan, hướng dẫn bằng hình ảnh dễ hiểu, giúp người dùng nhanh chóng nắm bắt, giảm nhu cầu đào tạo và hạn chế lỗi vận hành. Nhờ đó, việc truy tìm nguồn gốc vi nhựa trong nhiều loại nền mẫu khác nhau trở nên dễ dàng hơn.

Tài liệu tham khảo

1. GESAMP: Joint Group of Experts on the Scientific Aspects of Marine Environmental Protection. Sources, Fate and Effects of Microplastics in the Marine Environment: a Global Assessment. *International Maritime Organization*, **2015**. [GESAMP_microplastics_full_study.pdf \(europa.eu\)](#)
2. Adaptation of Definition of 'Microplastics in Drinking Water'. *SCCWRP, S.W.R.C.B.* **2021**, 2020–0021.
3. Aslani, H. *et al.* Tendencies Towards Bottled Drinking Water Consumption: Challenges Ahead of Polyethylene Terephthalate (PET) Waste Management. *Health Promotion Perspectives* **2021**, 11(1), 60–68.
4. Horton, A. A. *et al.* Microplastics in Freshwater and Terrestrial Environments: Evaluating the Current Understanding to Identify the Knowledge Gaps and Future Research Priorities. *Sci. Total Environ.* **2017**, 586, 127–141. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2017.01.190
5. Mason S. A.; Welch V. G.; Neratko, J. Synthetic Polymer Contamination in Bottled Water. *Front. Chem.* **2018**, 6, 407. DOI: 10.3389/fchem.2018.00407
6. Primpke, S. *et al.* Reference Database Design for the Automated Analysis of Microplastic Samples Based on Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. *Anal. Bioanal. Chem.* **2018**, 410, 5131–5141. DOI: 10.1007/s00216-018-1156-x
7. De Frond, H.; Rubinovitz, R.; Rochman, C. M. μ ATR-FTIR Spectral Libraries of Plastic Particles (FLOPP and FLOPP-e) for the Analysis of Microplastics. *Anal. Chem.* **2021**, 93(48), 15878–15885. DOI: 10.1021/acs.analchem.1c02549
8. Samandra, S. *et al.* Assessing Exposure of the Australian Population to Microplastics Through Bottled Water Consumption. *Science of the Total Environment*, 837, 155329. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2022.155329

Thông tin bổ sung

- Hệ thống phân tích hình ảnh hóa học Agilent 8700 LDIR Chemical Imaging System
- Phần mềm Agilent Clarity Software
- Microplastics Technologies FAQs
- Phân tích vi nhựa trong nước
- Máy quang phổ Agilent Cary 630
- Tổng quan về ATR-FTIR Spectroscopy

www.agilent.com/chem/8700-lidir

DE61429752

This information is subject to change without notice.

© Agilent Technologies, Inc. 2023
Printed in the USA, February 2, 2023
5994-5616EN