

環境中のマイクロプラスチック

キーワード

環境、角質除去剤、フィルター、顕微FT-IR、顕微ATR、マイクロビーズ、マイクロプラスチック

概要

洗顔料や歯磨き粉などの消費財には、洗浄したり角質を除去したりする力を高めるため、マイクロビーズという微細なプラスチックが含まれていることがあります。しかし残念なことにこのような物質は、特に海洋などの環境に蓄積する可能性があり、食物連鎖にも加わると考えられます。汚染された水をフィルターで繰り返し過すると、マイクロビーズを採取し分析することが可能です。マイクロビーズの大きさは約25 ~ 100 μm であり、基本的な顕微FT-IRで容易に分析できます。ここでは、参照サンプルと洗顔スクラブから得たビーズをろ過で抽出した後に分析しました。Tip ATRを使用することにより、サンプル調製を必要とせず1分未満ですべての分析を行いました。

はじめに

皮膚の外層は多くの死細胞で構成されています。「角質除去」と呼ばれるこれらの細胞の除去は、外見的にもきれいになるため、美顔などの処置でよく実施されています。処置には、サンドペーパーのような板材を用いたハードな方法、角質除去スクラブや石けんを用いたソフトな方法があります。このような処置への関心が高まる中、多くの化粧品メーカーは角質除去を強化するためにマイクロビーズなどの物質を使用するようになりました。軽石や塩などの天然製品も一部ありますが、高分子マイクロビーズなどの合成物質を含むものもあります。

マイクロビーズの大きさは通常、約25 ~ 100 μm であり、肉眼で見ることができます。大量のマイクロビーズが放出され、ゆっくりと微量の分解が進み、やがて微生物やろ過摂食動物を通じて食物連鎖に加わることが懸念されています。



図1 : Thermo Scientific Nicolet iN5顕微FT-IR

顕微FT-IRは、このような物質を検出し同定するための優れたツールです。Thermo Scientific™ Nicolet™ iN™5顕微FT-IR (図1) は、まさしくこのようなアプリケーションを目的としており、非常にシンプルな設計や機能、そして強力な分析ソフトウェアを備えています。また顕微ATRによって、サンプル調製なしで分析を実施することができます。ここでは、Nicolet iN5顕微FT-IRおよびゲルマニウム (Ge) ATRを使用して、参照物質と消費者製品から抽出したサンプルを分析しました。

実験

Nicolet iN5顕微FT-IRにはGe Tip ATRが組み込まれています。市販標準品の直径25 μm のポリスチレンビーズを含む溶液をスライドガラス上に蒸着させて、参照サンプルを用意しました。角質除去スクラブから得たサンプルは、追加処理を行わずに標準的なフィルターでろ過した後分析しました。最後に、X線診断手順で使用されるマイクロビーズを同様にろ過し分析しました。Nicolet iN5顕微FT-IRのGe Tip ATRおよび100 μm アパーチャによって、有効空間分解能25 μm が得られ、これらのサンプルに適切な優れた測定を実現しました。また、内蔵CCDカメラを使用して、視覚的なイメージを取得しました。分析には Thermo Scientific OMNIC™ ソフトウェア、Thermo Scientific OMNIC Specta™ 分光法ソフトウェア、標準ポリマライブラリを使用しました。

結果

図2は、参照標準の25 μm のマイクロビーズ溶液を乾燥させた粒子の比較的大きな領域をとらえた視野像であり、マイクロビーズが均質であることがはっきり目視できます。図3はマイクロビーズが少ない領域にある、1個の孤立した粒子を選択しました。円形の画像は、Nicolet iN5顕微FT-IRの100 μm アパーチャを通して撮影しました。Ge Tip ATRを挿入し、LED圧カインジケーターに従って密着させました。また、図3のスペクトル（40秒で取得）から、Ge Tip ATRが正確に粒子に密着していることが明確になりました。ポリスチレンに対する高いヒット率（> 92）が得られ、この組み合わせが優れた性能を発揮していることを確認できました。

Ge Tip ATRによる4X倍率を実証するため、密集領域から得たスペクトルと1個のマイクロビーズから得たスペクトルを共通のy軸スケールで比較しました（図4）。強度の類似性から、ビーズ塊から得たシグナルには差異がなく、ベースラインからのわずかな傾きは複数の粒子からの散乱に起因することが分かりました。1個の粒子から得たスペクトルは、実際のところ密集領域から得たスペクトルよりも良好でした。



図2：スライドガラス上に溶液から蒸着させたプラスチックマイクロビーズ

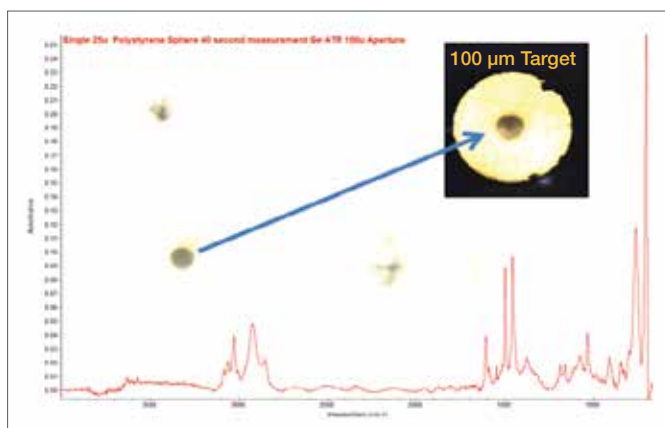


図3：スライドガラス上の1個の25 μm ポリスチレンビーズ

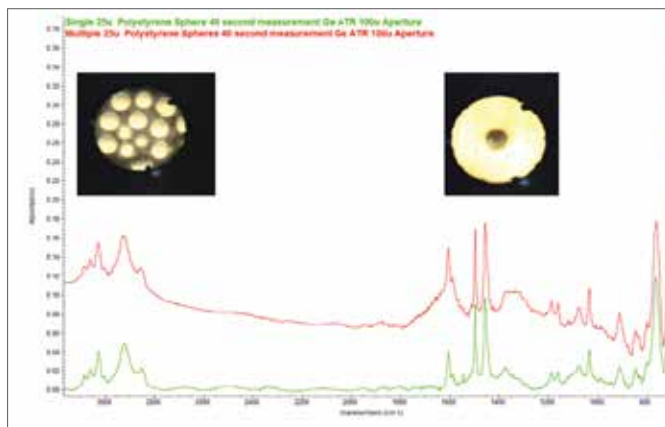


図4：100 μm アパーチャを通したビーズにGeチップを使用し、4X倍率を実証

図5は角質除去スクラブの溶液からフィルターで補集したサンプルから得たスペクトルです。フィルターはスクラブの残留層に覆われているため、マイクロビーズのスペクトルでは複数の成分が確認されました。そこで、マイクロビーズの存在しない近傍領域からのスペクトルを減算することで、ビーズの明瞭なスペクトルを得ました。このスペクトルは、低分子ポリエチレンの一部が酸化したものに一致しました。さらにこの手法により、石けん残留物自体を分析したところ、プロピレングリコールエーテルとの強い一致が見られました（図6）。

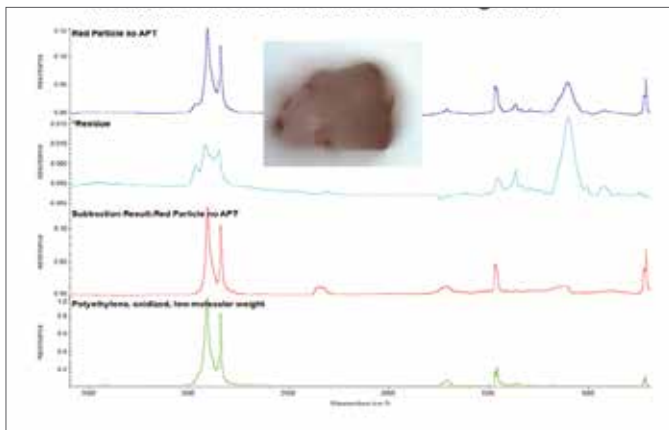


図5：角質除去スクラブからろ過された粒子

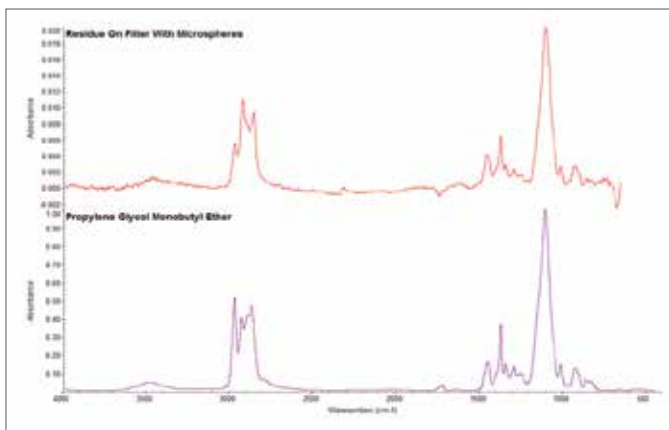


図6：フィルターを水で数回洗浄した後でも、粒子の他にローションからの残留乳脂が若干残っています。

図7は、フィルター補集されたものを含む、あるサンプルからの複数の大きさや色を持つマイクロビーズのスペクトルです。これらはすべてポリエチレンと考えられます。しかし、青いビーズは副成分を持つと考えられ、 $1000 \sim 1200 \text{ cm}^{-1}$ の範囲に新しいピークがありました。そこで、OMNIC Spectraの多成分検索機能を用いて、両成分（ポリエチレンとバリウム硫化物）を同時に同定しました（図8）。これらのビーズはX線診断、特に獣医学で使用されるものです。バリウムはX線トレーサーとして添加され、これによって形成される物質は「バリウム含浸ポリエチレン球」と呼ばれています。

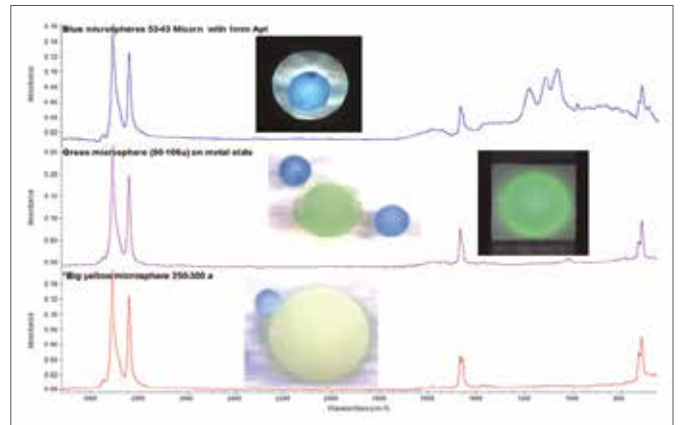


図7：三つの球状粒子はすべてポリエチレンですが、青い小球から得たスペクトルには副成分があり、 1000 cm^{-1} を超える強いピークが見られました。この領域のスペクトル検索によって硫酸バリウムとの良好な一致が確認されました。

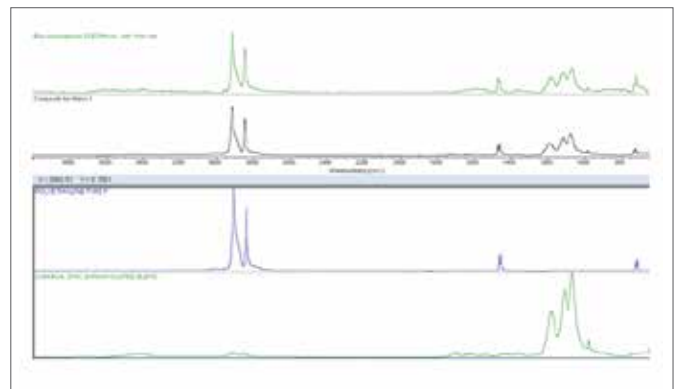


図8：X線画像装置の校正用に、硫酸バリウムがマイクロスフェアに添加されています。硫酸バリウムポリマーのマイクロスフェアは、科学者がX線不透過のマイクロスフェアを探索するために形成されたもので、高い真球度と狭い粒径分布を有しています。硫酸バリウムはマイクロスフェアに組み込まれ、X線イメージングやその他の診断に使用される放射線造影剤となります。最良の造影を得るためには 1.5 g/cc の高密度製品が推奨されており、獣医学で使用される際にはバリウム含浸ポリエチレン球（BIPS）と呼ばれています。

結論

Nicolet iN5 顕微 FT-IR はフィルター上のマイクロビーズの分析に最適であり、そのシンプルな操作は顕微鏡分析の経験が少ない検査機関での使用にも適しています。もっとも多く使われているマイクロビーズの大きさは約25～100 µmであり、Nicolet iN5 顕微 FT-IR や Ge Tip ATR はこの大きさに対応します。OMNIC および OMNIC Specta ソフトウェアとの組み合わせ、手動操作による視覚的位置合わせ、ATR による簡単な分析、そして信頼性の高い分光分析ソフトウェアにより、通常の分析に要する時間がわずか1分程度になります。

詳細は www.thermofisher.com/iN5 をご覧ください。

© 2016 Thermo Fisher Scientific Inc. 無断複写・転写を禁じます。
ここに記載されている会社名、製品名は各社の商標または登録商標です。
ここに記載されている内容は予告なく変更することがあります。

FTIR060_A1704SO

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

分析機器に関するお問い合わせはこちら

TEL : 0120-753-670 FAX : 0120-753-671

✉ Analyze.jp@thermofisher.com

 facebook.com/ThermoFisherJapan

 [@ThermoFisherJP](https://twitter.com/ThermoFisherJP)

www.thermofisher.com

ThermoFisher
S C I E N T I F I C