

Development of method for microplastics detection in drinking
water by micro-raman spectroscopy

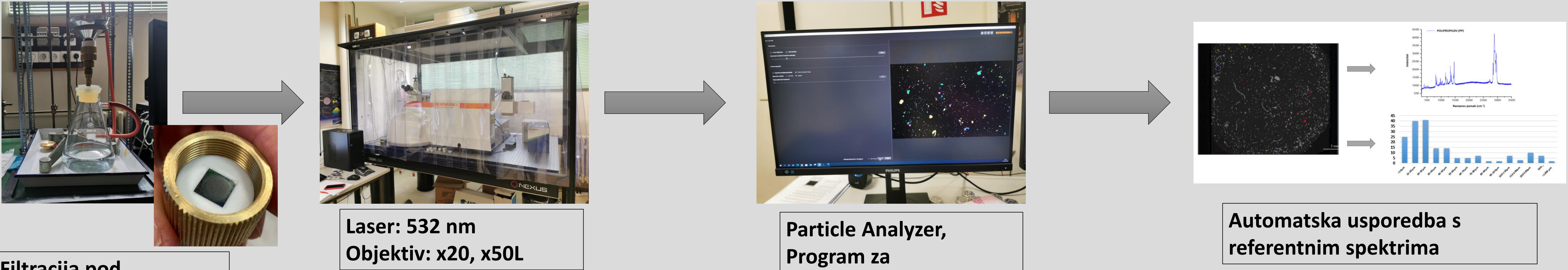
Ana Tolić¹, Tamilselvi Selvam¹, Vlasta Mohaček Grošev¹, Lara Mikac¹, Mile Ivanda¹

¹Laboratorij za molekulsku fiziku i sinteze novih materijala, Ruđer Bošković Institute, Bijenička 54, 10000, Zagreb, Croatia

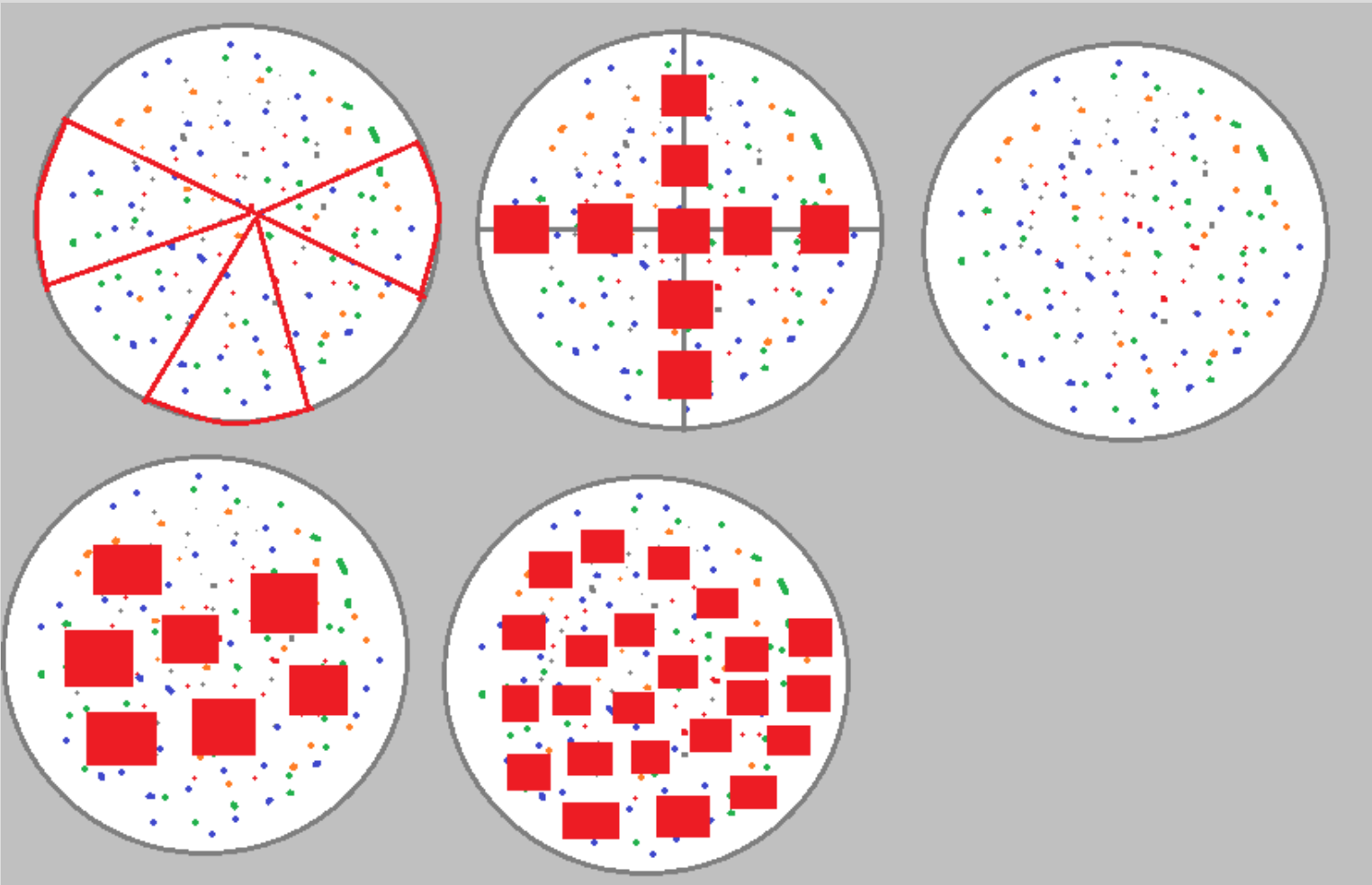
UVOD

Upotreba plastike u velikim razmjerima je rezultirala teškim globalnim onečišćenjem okoliša. Makroplastika koja završi pod utjecajima degradira u plastične čestice mikro- i nano- dimenzija. Prema tipu polimera koji su pronađeni u okolišu, najveći postotak otpada na najčešće upotrebljavane tipove polimera; polietilen (PE), polipropilen (PP), polistiren (PS), polivinil klorid (PVC), polietilen tereftalat (PET).¹ Procijenjeno je da je svake godine preko 8 milijuna tona plastike odbačeno u oceane i da je preko 690 životinjskih vrsta ugroženo tim otpadom.² Mikroplastika (MP) još nema jedinstvenu definiciju, ali obuhvaća sve sintetičke čestice, netopive u vodi dimenzija od 1 µm do 1000 µm, uz veliku mikroplastiku između 1 i 5 mm.³ Najčešće tehnike za pouzdanu identifikaciju mikroplastike su spektroskopske metode (IR i Ramanova spektroskopija) ili termičke degradacijske tehnike. Spektroskopske metode daju informacije o tipu polimera, broju, veličini, rasponu veličina i morfologiji za svaku pojedinu analiziranu česticu. Ramanova spektroskopija je nerazorna tehnika kemijske analize koja koristi neelastično raspršenje svjetlosti kako bi identificirala jedinstveni otisak prsta (fingerprint) molekule. Pruža detaljne informacije o kemijskoj strukturi, fazi i polimorfnosti (oblik i kristalna struktura), kristaliničnosti i molekulskim interakcijama. Ramanovi spektri sastoje se od brojnih vrhova različitog intenziteta i energije koji odgovaraju različitim vibracijskim modovima unutar molekule. Te vibracije pružaju informacije o atomima i vezivanju unutar materijala koji se proučava.

TIJEK RADA

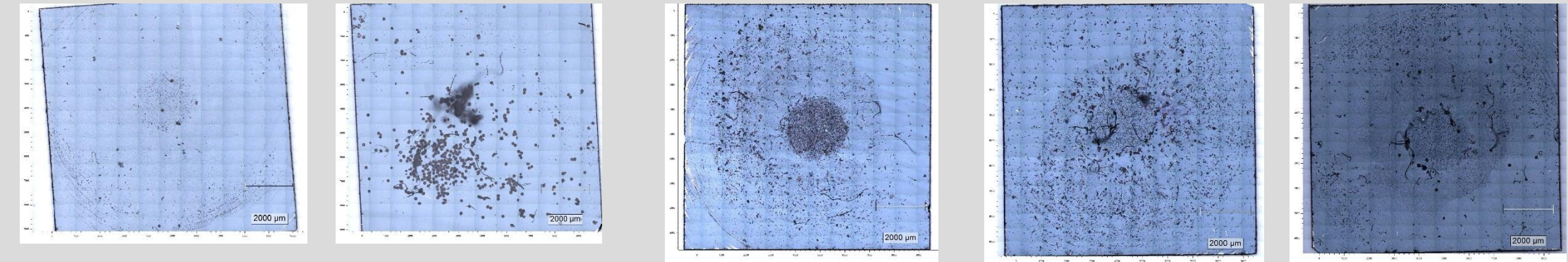


PODUZORKOVANJE



Slika 1. Modeli poduzorkovanja čestica na površini filtera

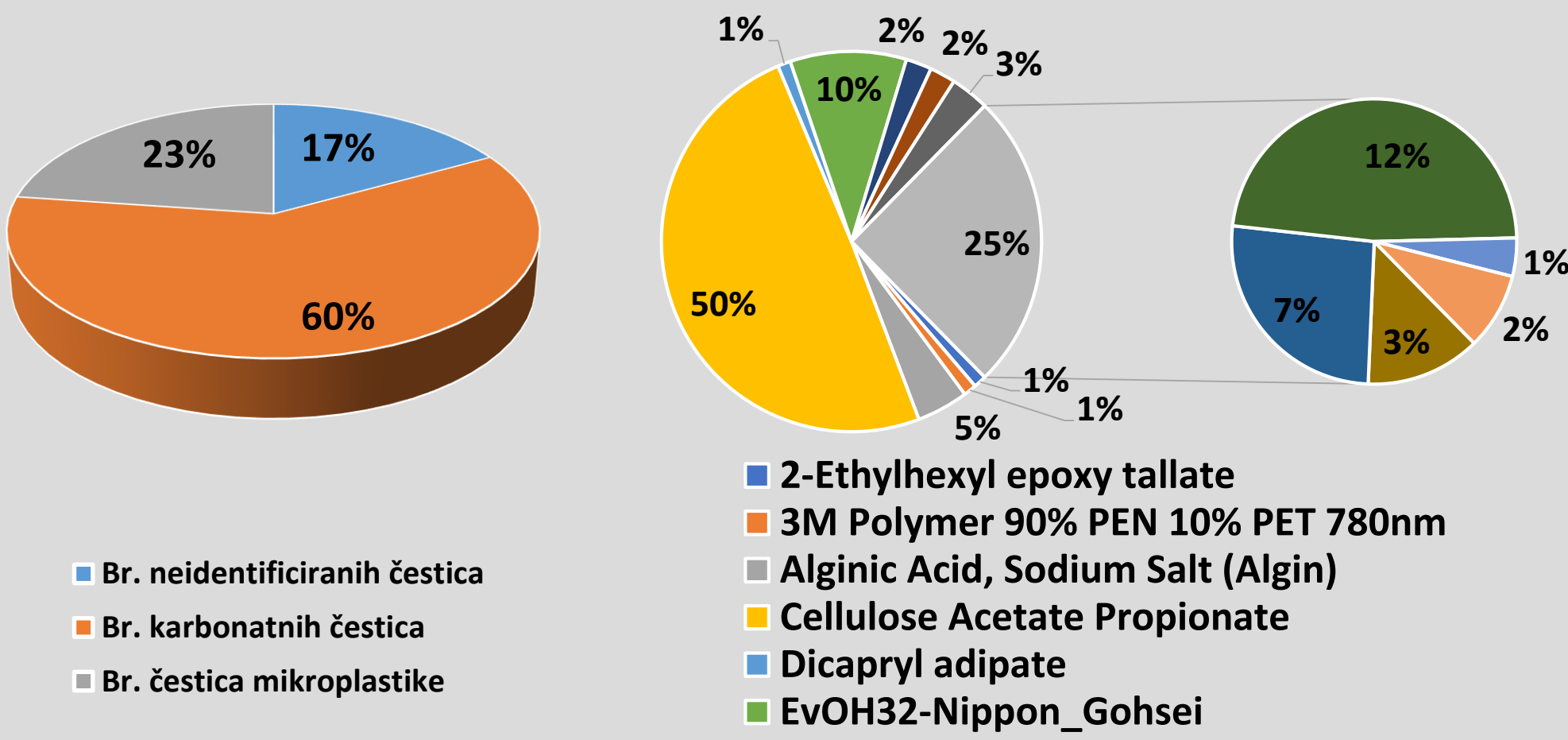
REFERENTNI
MATERIJAL



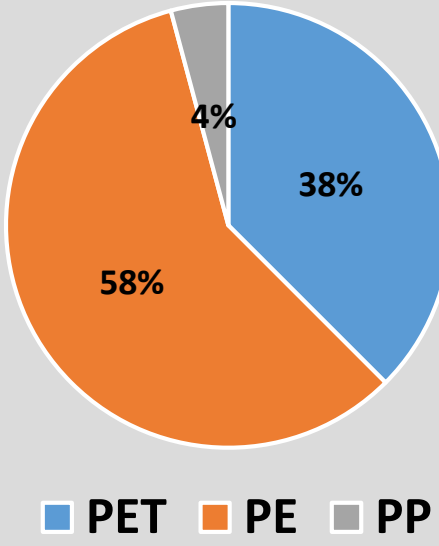
Slika 2. ~1 mg PE čestica
(106-125 µm u 25 %
EtOH

Slika 3. 0,001 g/L PE čestica (106-125
µm u 0,1%, 0, %, 1 % SDS

PRELIMINARNI
REZULTATI



Slika 4. a) Prikaz broja čestica koje su (ne)identificirane, b) Sastav identificiranih čestica dobiven usporedbom sa spektralnom bazom, c) Udio i broj identificiranih čestica MP



Slika 5.) Udio i broj identificiranih
čestica MP

Tablica 1. Tip pronađenog polimera, broj i omjer duljine i širine

No	component	>80%	1-1.5	1.5 - 2	2.01 - 3
1	HDPE	4	4		
2	LDPE	2		4	
4	PET	18	10	7	1
5	PE	22	22		
6	PP	2			2
	total	48			

ZAKLJUČAK

Fokus naše istraživačke skupine je razvoj, optimizacija i validacija metode Ramanove analize mikroplastike (MP). Prilikom početnih faza optimizacije, suočili smo se s prvim problemima, opisanim u literaturi. Kako je prikazano na slikama 2. i 3., manji je broj čestica PE na površini filtera od deklariranog broja čestica/g čestica. Mogući razlozi tome su hidrofbnost čestica zbog čega čestice vrlo lako zaostaju po stijenkama metalnog sustava za filtraciju, ali i teško postizanje homogene suspenzije čestica. Povrh toga, kako bi se dobili pouzdani rezultati, ali skratilo vrijeme analize, potrebno je odabrati odgovarajući model poduzorkovanja čestica na površini filtera. S nasumičnim odabirom ukupno 794 čestica, u pitkoj vodi su otkrivene čestice MP, najdominantnijeg tipa polimera PE, PET i PP. U daljnjem radu, ispitujemo druge modele poduzorkovanja i poboljšavamo suspenzije referentnih čestica MP.

1. Koelmans A. et al., Microplastics in Freshwaters and Drinking Water: Critical Review and Assessment of Data Quality, Water Research 155 (2019) 410–422
2. Velez-Escamilla L. Y., Contreras-Torres F.F., Latest Advances and Developments to Detection of Micro- and Nanoplastics Using Surface-Enhanced Raman Spectroscopy, Particle and Particle Systems Characterization 39 (2022) 2100217
3. Schymanski et al., Analysis of microplastics in drinking water and other clean water samples with micro-Raman and micro-infrared spectroscopy: minimum requirements and best practice guidelines, Analytical and Bioanalytical Chemistry 413 (2021) 5969–5994