

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ЗАГРЯЗНЕНИЯ МИКРОПЛАСТИКОМ ПРИРОДНЫХ ВОД: СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ И РЕКОМЕНДАЦИИ

С. В. Пахомова^{1*,2}, А. А. Ершова³, И. А. Жданов², Е. В. Якушев^{1*,2}

¹ Норвежский институт водных исследований,
Норвегия, 0579, Осло, Окернвайен, 94,
e-mail: svp@niva.no;

² Институт океанологии им. П. П. Ширшова РАН,
Россия, 117997, Москва, Нахимовский проспект, д. 36,
e-mail: zhdanovaeroplast@gmail.com;

³ Лаборатория ПластикЛаб, Российский государственный
гидрометеорологический университет,
Россия, 192007, Санкт-Петербург, ул. Воронежская, д. 79,
e-mail: ershova@rshu.ru

Оценка загрязнения частицами микропластика природных вод включает несколько методологических этапов – отбор проб, экстракцию частиц, химическую идентификацию и количественную оценку. На данный момент разные исследовательские группы используют разные методы, исходя из возможностей, доступного оборудования и задач исследования, что приводит к ошибочным оценкам и невозможности сравнения данных. В статье обсуждаются современные подходы для корректного определения содержания микропластика в природных водах в контексте гармонизации методов исследования загрязнения микропластиком и последующей стандартизации методов мониторинга. Отдельно рассматриваются вопросы обеспечения качества и контроля качества исследований (ОК/КК), представлены конкретные меры ОК/КК для процедур пробоотбора и пробообработки, с учетом малого размера частиц микропластика и высокого риска внешнего загрязнения. В статье подробно описываются требования к представлению данных в научных статьях и отчетах, тем самым формируя основу для возможности сравнения результатов разных научных групп и создания глобальной базы данных. В статье также представлены методические рекомендации по отбору проб и анализу образцов для оценки уровня загрязнения микропластиком поверхностных вод.

Ключевые слова: микропластик, природные воды, пробоотбор, пробообработка, методы идентификации, экстракция частиц, контроль качества, гармонизация методов

Введение

Сопоставимость данных является одной из основных проблем в области современных исследований загрязнения природной среды микропластиком (Primpke et al., 2020; Provencher et al., 2020). На данный момент существует ограниченное число стандартизированных методов оценки уровня загрязнения частицами микропластика

* Настоящее место работы.

природных объектов. Стандартизация означает применение конкретных методов в соответствии с надежными критериями получения достоверного результата. Эти методы обычно имеют ограниченную гибкость для обеспечения сопоставимости результатов между лабораториями. Преимущество стандартизации методов мониторинга состоит в возможности сравнения данных разных лабораторий для оценки временных и пространственных тенденций в накоплении и распространении загрязнителя в окружающей среде. Ограничением такой практики является то, что она существенно снижает научную свободу разработки методов. Гармонизация же означает, что различные методы были тщательно протестированы до такой степени, что результаты могут рассматриваться как сопоставимые, несмотря на различия в методологиях. Преимущество гармонизации заключается в том, что данные могут быть получены в проектах, использующих схожие, но не обязательно идентичные, методы. Важно отметить, что ограничения каждого метода известны и можно комбинировать различные приемы для создания объединенных баз данных. Гармонизация методов в конечном итоге приводит к созданию стандартизированных методов.

В настоящее время различные научные группы стремятся согласовать/гармонизировать методы исследования загрязнения частицами микропластика в режиме реального времени для возможности сравнения уровней загрязнения и тенденций накопления и распределения микропластика в разных регионах. В мире разрабатываются методы отбора проб и их лабораторной обработки, создаются стандартные материалы для проверки степени извлечения частиц из матрицы (“recovery tests”), а также проводятся межлабораторные сличительные испытания с проверкой контроля загрязнения и качества анализов. Результаты подобной гармонизации отражены в последних руководящих документах (Guidelines) таких межправительственных организаций как Объединенная группа экспертов по научным аспектам защиты морской окружающей среды (GESAMP, 2019), Техническая группа Рамочной директивы морской стратегии по Морскому мусору MSFD (Galgani, 2013), Хельсинкская комиссия по защите морской среды Балтийского моря HELCOM (HELCOM, 2022). Эти современные региональные документы содержат самые полные и детальные обзоры рекомендуемых подходов как к пробоотбору, так и к обработке образцов для разных матриц морской среды, включая воду, осадки, биоту, что делает сравнимыми результаты последующих исследований в этих регионах (Европа, Балтийский регион).

В 2021–2022 гг. в Балтийском регионе был проведен проект HELCOM BLUES (2022), который позволил гармонизировать региональную работу по мониторингу морского мусора и микропластика в 9 странах Балтийского региона, включая Россию. На основе применяемых подходов и возможностей ведущих научных лабораторий региона, а также серии межлабораторных сличительных испытаний, были разработаны руководящие документы по мониторингу микромусора в донных отложениях и в морской воде, которые стали основой для современного мониторинга Балтийского моря.

Рабочая группа Арктического совета по защите морской среды Арктики (PAME – Protection of the Arctic Marine Environment, Arctic Council) и Программа арктического мониторинга и оценки (Arctic Monitoring and Assessment Programme, AMAP)

значительно продвинули область исследований морского мусора и микропластика в арктическом регионе. В частности, АМАР разработала План мониторинга морского мусора и микропластика в Арктике (АМАР, 2021a) и Руководство по мониторингу морского мусора и микропластика (АМАР, 2021б), которое содержит подробные рекомендации по отбору проб абиотических компонентов окружающей среды и биоты, а также по анализу, моделированию и представлению данных.

При пробоотборе, пробоподготовке и качественном анализе частиц разные исследовательские группы используют разные методы, исходя из возможностей, доступного оборудования и задач исследования (Prata et al., 2019; Razeghi et al., 2021; Stock et al., 2019; Зобков & Есюкова, 2018; Чубаренко и др., 2021). В применяемых на данный момент методах оценки уровня загрязнения частицами микропластика природных вод каждый этап исследования вносит неопределенности и возможные ошибки в получаемые результаты (таблица 1). Применение некоторых методов пробоотбора приводит, например, к недоучету некоторых фракций микропластика (менее 300 мкм для сетных ловов, (Lindeque et al., 2020)) или к использованию разных единиц для выражения концентрации микропластика (поверхностные, на единицу площади, или объемные, на единицу объема, концентрации). Разная последовательность этапов лабораторной обработки образцов и недостаточное или, наоборот, избыточное число этапов в лабораторном протоколе становится причиной потерь частиц микропластика или чрезмерного внешнего загрязнения образца (Ершова и др., 2024). Все это приводит к разному качеству и разрешению представляемых результатов анализа содержания микропластика в природных водах (Lusher & Primpke, 2023) и в итоге к невозможности сопоставлять результаты исследований.

В последние годы проведено множество исследований, посвященных количественной оценке содержания частиц микропластика в образцах окружающей среды и коммерческих продуктах, но возможность загрязнения частицами микропластика во время пробоотбора и лабораторного анализа до недавнего времени не принималась во внимание. В работе (Lachenmeier et al., 2015) обнаружили несколько методологических ошибок при проведении более ранних исследований загрязнения микропластиком пищевых продуктов. Основной проблемой анализа оказалось значительное фоновое загрязнение, которое не позволяет отличить образцы исследования от холостых образцов. Таким образом, методы, в которых не проводились проверка качества анализа (“recovery tests”) и контроль загрязнения, были признаны непригодными для анализа микропластика, а результаты таких исследований могут быть подвергнуты сомнению из-за загрязнения при работе с образцами. С подобной проблемой сталкиваются и авторы других исследований, где результаты холостых проб сопоставимы с результатами анализа образцов окружающей среды (Alling, 2023; Жданов, 2023). Все вышесказанное подводит к пересмотру подходов к контролю загрязнения в исследованиях микропластика и делает вопросы обеспечения качества и контроля качества (ОК и КК) приоритетными при оценке уровня загрязнения микропластиком различных объектов. Многие международные научные журналы уже вводят жесткие требования для

возможности публикации исследований по микропластику, которые касаются именно контроля качества исследований. Мониторинг микропластикового загрязнения природных вод должен быть основан на принципах воспроизводимости, достоверности и повторяемости качества (Lusher & Primpke, 2023).

Основной целью данной статьи является подробное описание подходов к контролю загрязнения и проверке качества анализа, представлению результатов, а также предложение рекомендаций по оптимальному методическому подходу к исследованию микропластика в природных водах. В работе описывается методология отбора проб взвешенных частиц микропластика в морских поверхностных водах и их последующего анализа, которые применяются в российских лабораториях ИО РАН и ПластикЛаб РГГМУ и основаны на последних международных рекомендациях и результатах межлабораторных сличительных испытаний.

1. Методы пробоотбора и анализа микропластика в природных водах

1.1. Методы отбора проб

На данный момент только два метода пробоотбора воды являются рекомендованными в международных протоколах мониторинга микропластикового загрязнения (AMAP, 2021б; GESAMP, 2019; HELCOM BLUES, 2022) – с поверхности моря (0–20 см) с помощью сетей (нейстонная сеть, манта-трал) и с подповерхностного слоя (с глубины 1–6 м) с помощью насоса или судовой проточной системы с использованием системы или каскада фильтров. При этом задачи исследования, географическое положение и тип водного объекта, а также имеющиеся возможности (например, тип судна и/или возможность его остановки, а также доступность оборудования) определяют выбор того или иного метода и инструмента пробоотбора.

Микропластик – это частицы пластика, размер которых варьируется от 1 мкм до 5 мм (ISO/FDIS 24187:2023), и в каждом исследовании важным аспектом выбора метода пробоотбора является целевая фракция микропластика, то есть минимальный размер частиц, установленный в соответствии с задачами исследования. Ключевым отличием сетей от фильтровальных систем является возможность последних улавливать частицы менее 300 мкм, которые традиционно не учитываются при сетных ловах (Lindeque et al., 2020). Частицы крупнее 300 мкм потребляются морскими млекопитающими, рыбами и птицами, тогда как частицы меньшего размера (до 10 мкм) являются наиболее доступными для потребления морскими беспозвоночными организмами в связи с тем, что эти размеры совпадают с размером планктонных организмов, составляющих их рацион (Rist et al., 2020). Потребление частиц размером от 7 до 150 мкм показано для различных видов копепод (Cole et al., 2013; Vroom et al., 2017), которые представляют основу пищевой цепи арктических морей и, таким образом, являются важнейшим путем поступления микропластика в пелагические пищевые сети.

Табл. 1 – Этапы исследования загрязнения микропластиком (МП), вариации используемых методов и возможные ошибки получаемых результатов

Матрица Этап анализа	Природные воды			Факторы, приводящие к неопределенностям или ошибкам в оценке концентрации МП
	Поверхность (0–20 см)	Подповерхность/водная толща (1–6 м)		
Пробоотбор	Нейстонная сеть	Пробоотборник Манга	Внешний насос (на палубе или погружной)	Разный минимальный размер МП, трудности в сравнении результатов
		(90–330 мкм)	(26–200 мкм)	
Извлечение частиц/ пробоподго- товка	Визуальная сортировка	Разделение по плотности	Фильтрация	Нет стандартных протоколов извлечения МП; недостаточно данных об устойчивости МП к разным окислителям, рН, температуре
Идентифи- кация	Визуальная Метод горячей иглы			Ложные положительные результаты; нет данных о полимерном составе
	Спектроскопия в ближней инфра- красной области, БИК-спектроско- пия, (near-infrared spectroscopy, NIR)	Инфракрас- ная спектро- скопия с пре- образованием Фурье, ИКФС (FTIR)	Рамановская спектроскопия или спектроскопия комбинационного рассеяния света, КРС (Raman)	
Обеспечение качества и контроль качества ана- лиза	Холостые пробы при пробоотборе и пробоподготовке			Часто отсутствует проверка степени извлечения МП для используемых методов и отсутствует контроль уровня загрязнения при пробоотборе и пробоподготовке – возможные занижения и завышения реальных концентраций МП
	Проверка степени извлечения частиц и правильности идентификации («recovery tests»)			
	Работа в условиях чистой лаборатории (см. раздел 3)			
Представле- ние данных	Метаданные; Характеристики частиц МП: размер, морфология, цвет, тип полимера; Концентрация:			Результаты для разных размерных групп МП; разные единицы выражения концентраций; редко представлены массовые концентрации; разные частицы вносятся в базу данных (во- локна, полусинтетические, сополимеры); учет непластиковых антропогенных частиц; разные подходы к коррекции внешнего загрязнения
	шт/км ² , шт/м ³ , мг/км ² , мг/м ³	шт/л, шт/м ³ , мг/м ³		

1.1.1. Применение сетей для отбора частиц микропластика в поверхностном слое

Работа сетями может проводиться с научно-исследовательского или маломерного судна, с борта надувной лодки или с берега (например, в пресных водоемах и прибрежно-морской зоне). Нейстонная сеть была разработана и предназначена для сбора планктона и объектов, плавающих в поверхностном слое, где обитают организмы поверхностной пленки воды – нейстон, которые держатся на поверхности за счет сил поверхностного натяжения. Манта-трал является модификацией нейстонной сети, где вместо поплавков – крылья, позволяющие держать сеть на плаву в устойчивом положении. Показано, что сети являются взаимозаменяемыми, и выбор той или иной конструкции обуславливается особенностями региона исследования (Michida et al., 2019). Обычно используют сети с размером ячеей около 300 мкм. Основная причина – способность фильтровать необходимое количество воды с учетом условий (обилие планктона, взвешенного вещества). Сети с размерами ячеей 200 или 100 мкм также используются, но гораздо реже в силу меньшего потенциального объема профильтрованной воды. Рекомендованное время траления – от 10 до 30 минут со скоростью от 1 до 3 узлов. В начале и в конце траления обязательно фиксируются координаты GPS, время траления, показания счетчика расходомера, а также площадь заборной части трала, погруженной в воду. По возможности учитываются волнение, скорость и направление ветра, а также отдельно параметры морской среды (температура и соленость). Пробоотбор с помощью сетей может проводиться только в хорошую погоду (слабое волнение и слабый ветер).

В исследованиях ИО РАН принят следующий протокол отбора поверхностных проб. Сеть состоит из полотна с ячейей 330 мкм и рамы размером 40×60 см, с длиной сети 3 м. Траление производится при скорости судна 2–3 узла в течение 20–30 мин. Объем профильтрованной воды определяется с помощью счетчика расхода воды, установленного на раме сети (рисунок 1), и фиксируется площадь заборной части трала, погруженной в воду. После окончания траления сеть обмывается снаружи водой под давлением (например, с помощью пожарного шланга на судне); стакан с пробой снимается и помещается в предварительно вымытую стеклянную банку для консервации пробы. Также собранный материал можно смыть в судовой лаборатории (с соблюдением требований к внешнему загрязнению) в стеклянную банку, которая хранится в холодном месте до разбора пробы в чистой лаборатории.

Обычно исследователями используется одна сеть, однако существуют ее модификации, позволяющие отбирать несколько повторностей, что делает результаты исследования более достоверными. Например, в морских исследованиях используют сеть бонго – две сети, скрепленных параллельно (Rist et al., 2020). Для речных систем коллективом Томского государственного университета разработан Манта-трал с тройным отбором проб – модель ПП-3 (патент РФ https://www1.fips.ru/registers-doc-view/fips_servlet), которая апробирована на реках Евразии (Frank et al., 2022). При отборе проб устройство размещается по направлению течения на 15 минут: одновременно происходит отбор трех параллельных проб воды.

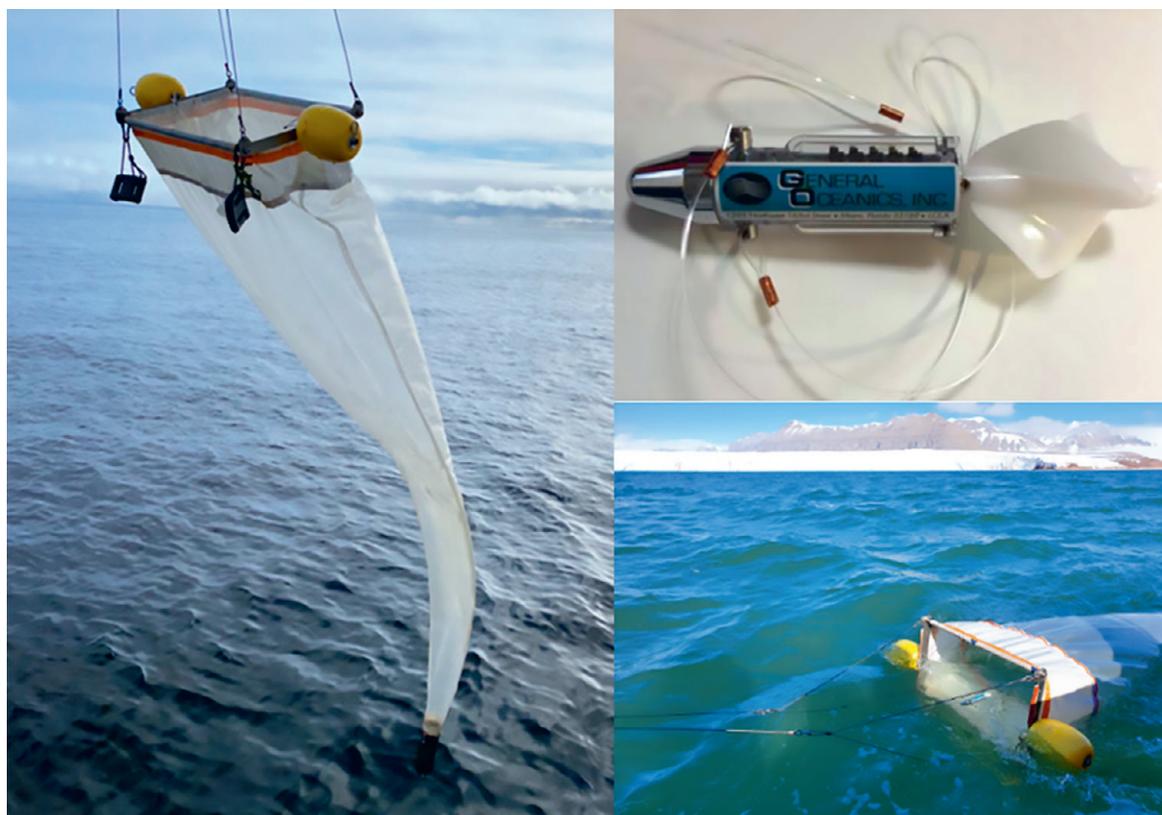


Рис. 1 – Нейстонная сеть для лова поверхностного микропластика: сеть выполнена из нейлоновой ткани с размером ячеей 330 мкм и имеет боковые поплавки, грузы по бокам для устойчивости в горизонтальном положении, а также пробосборник (стакан) на конце сети. Важнейшей частью пробоотборника является закрепленный на входе в сеть механический счетчик расхода воды (серия 2030 компании General Oceanics. Inc.)

1.1.2. Применение фильтровальных систем для отбора частиц микропластика в подповерхностном слое

Фильтровальные системы с использованием насоса или проточной системы судна (системы забора забортной воды) позволяют отбирать частицы микропластика до 100 мкм и меньше: нижнее ограничение размера улавливаемых частиц связано только с размером ячеей используемого фильтра. Отбор пробы происходит в так называемом подповерхностном слое – от 1 до 6 м, в зависимости от возможности погружения системы или местонахождения отверстия водозаборной системы на судне. Существуют различные модификации этих систем, описанные российскими (Pakhomova et al., 2022; Yakushev et al., 2021, Ершова, 2021, Чубаренко и др., 2021) и зарубежными учеными (Bergmann et al., 2019; Kanhai et al., 2018; Lusher et al., 2015; Morgana et al., 2018; Rist et al., 2020). Проточные или насосные фильтровальные системы устроены принципиально схожим образом: с помощью шланга или трубы, диаметром от 1 до 4 см, вода насосом нагнетается на борт судна (причал или берег в случае работы с суши), далее поступает на фильтр или каскад фильтров с разным

диаметром ячеи. Размер ячеи фильтра может варьировать от 10 мкм до 200 мкм, но чаще всего составляет 100 мкм. Пробоотбор проводят как в определенной точке (Bagaev et al., 2017; Cai et al., 2018; Setälä et al., 2016), так и по ходу движения судна (Lusher et al., 2015; Pakhomova et al., 2022; Yakushev et al., 2021). Объем воды всегда фиксируется расходомером.

Применение проточных систем позволяет отбирать пробы достаточно большого объема (более 1 м³), что положительно влияет на представительность пробы в регионах, где концентрации микропластика заведомо низкие (Crawford & Quinn, 2017), как, например, в Арктике или Антарктике (Pakhomova et al., 2022). Для получения корректных оценок рекомендуемый минимальный объем фильтруемой воды варьирует от 100 л в прибрежных водах до 1 м³ в открытом океане в зависимости от региона, а также продуктивности водоема, количества минеральной взвеси (взмученности), антропогенной нагрузки и активности судоходства. Одновременно с фильтрацией воды необходимо попутно регистрировать дополнительные параметры среды, такие как гидрометеорологические условия и характеристики воды (температура, соленость и др.) (Lusher et al., 2015; Pakhomova et al., 2022; Tekman et al., 2020; Yakushev et al., 2021): часто датчики уже встроены в такие забортные системы, что исключает проведение дополнительных океанографических работ.

Важнейшим преимуществом фильтровальных систем является изоляция образца в фильтровальной насадке (фильтре), что исключает риск воздушного загрязнения пробы при переносе ее в лабораторию. Вопрос контроля качества является ключевым в исследованиях уровня загрязнения частицами микропластика природных вод, и загрязнение при пробоотборе зачастую является главным фактором, снижающим качество результата. Другим важным фактором контроля загрязнения является изготовление практически всех деталей фильтровальных систем из металла, минимизируя возможность пластикового загрязнения образца. Также преимуществом фильтровальных систем является возможность их работы в любую погоду, что значительно отличает их от работы с сетями, которые возможно использовать исключительно в условиях слабого волнения и ветра. Однако, необходимо знать, что фильтровальные системы не учитывают поверхностную пленку воды, где может наблюдаться повышенная концентрация плавающих частиц, в том числе микропластиковых, за счет удерживания их силой поверхностного натяжения.

В экспедиционных условиях часто не предусматриваются остановки для отбора проб (нет океанографических станций или даже возможности снизить скорость судна, наличие ледового покрова и т. п.). Таким образом, отбор проб воды возможен исключительно по пути, то есть по ходу следования судна без остановок или снижения скорости. В таком случае очевидно преимущество применения фильтровальных систем с использованием проточной системы судна. Именно по этой причине фильтровальные системы стали единственным возможным способом за относительно короткий период накопить значительное количество данных натурных измерений во всех океанах планеты для построения глобальной картины загрязнения микропластиком (и возможности его моделирования), когда пробы отбирались с помощью так

называемых “ships of opportunity”, то есть паромов, грузовых и пассажирских судов (Brumovský et al., 2016), а также океанских яхт (Cózar et al., 2014), на борту которых устанавливались такие системы, а полученные образцы передавались в соответствующие лаборатории для обработки.

Пробоотборные фильтровальные системы, используемые лабораториями ИО РАН и ПластикЛаб РГГМУ для судовых проточных систем, представлены на рисунке 2. Согласно методике пробоотбора ИО РАН, отбор воды с подповерхностного слоя происходит с помощью насоса, находящегося на палубе, через трубу, погруженную в воду на 3–5 м. Вода под давлением проходит через систему, состоящую из двух последовательно установленных проточных фильтров для очистки воды: пластиковый корпус, фильтры из нержавеющей стали с диаметром ячеей 1 мм и 100 мкм. В олиготрофных водах можно устанавливать только один фильтр, 100 мкм. Объем профильтрованной воды определяется по счетчикам, встроенным в систему. После окончания пробоотбора собранный на фильтрах материал смывается с помощью системы обратной подачи воды на фильтр из нержавеющей стали (\varnothing 25 мм, размер ячеей 50–83 мкм), находящийся в стальном фильтродержателе, который крепится к нижнему крану пробоотборных фильтров, минимизируя таким образом нахождение пробы на открытом воздухе. Фильтры со взвесью помещаются в предварительно вымытые профильтрованной водой 50/100 мл стеклянные банки или 50 мл пробирки для центрифугирования, в которых проводится дальнейшая обработка пробы в условиях чистой лаборатории.



Рис. 2 – Фильтровальные системы лаборатории ИО РАН и ПластикЛаб РГГМУ для использования с проточной системой судна

ПластикЛаб РГГМУ использует несколько пробоотборных систем, в зависимости от условий, в которых будет отираться проба. Так, для условий открытого моря используется судовая проточная система, в которую встраивается уже собранная фильтровальная система HydroPuMP, состоящая из счетчика воды и съемных стальных проточных фильтров (размер ячеек 50–100 мкм), на которых собирается взвесь. Фильтр со взвесью снимается и консервируется (в стекло) до условий чистой лаборатории, где осажденное вещество смывается профильтрованной водой в колбу и проходит последующую лабораторную обработку. В 2023 г. лабораторией ПластикЛаб была разработана новая версия пробоотборника HydroPuMP *Trio*, в котором параллельно соединены три системы с проточными фильтрами, через которую одновременно может отбираться вода с поверхности в одних координатах. Данная система также встраивается в проточную систему судна, а смыв пробы осуществляется через нижний кран напрямую в бутылку для консервации. Такой подход отбора в нескольких повторностях практикуют другие исследователи, например, коллектив Томского государственного университета работает с сетью Манта с тройным пробоотбором, как описано выше. Другим примером является фильтровальная система, разработанная Университетом Аальборга (Дания) – UFO system (Universal Filtering Objects system) (Rist et al., 2020), которая отбирает образцы микропластика размером до 10 мкм на два параллельно-соединенных металлических фильтра в герметичных насадках. Система UFO используется во многих европейских странах как в Балтийском море, так и в Арктическом регионе.

В условиях прибрежной зоны лаборатория ПластикЛаб использует автономный пробоотборник HydroPuMP-5, состоящий из аккумулятора в герметичном кейсе, счетчика воды и специальной фильтровальной насадки для сменных металлических фильтров, которая позволяет полностью изолировать фильтры и осажденную на них взвесь (для контроля загрязнения из воздуха). Как и в системе UFO, съемные фильтры после сбора взвеси помещают в отдельную емкость и консервируют до обработки в условиях чистой лаборатории. Эту насадку можно использовать с любыми видами проточных и насосных систем (рисунок 3); данное устройство было запатентовано в 2021 г. (Ершова, Татаренко, 2021).

Этапы пробоподготовки для сеточных и проточных проб, как правило, отличаются, что связано с тем, что извлекаемые частицы из сеточных проб заведомо крупнее и легко поддаются визуальной сортировке, таким образом, пробы во многих случаях не требуют специальной химической обработки для выделения потенциальных частиц микропластика (растворения органического материала, плотностного разделения и т. п.). Поэтому разбор сеточных проб допустимо выполнять на судне непосредственно после получения пробы сеточного лова. Для проточных проб протокол пробоподготовки и извлечения частиц может включать многочисленные этапы (в зависимости от минимального размера извлекаемых частиц) и должен в обязательном порядке проводиться в условиях чистой лаборатории с контролем контаминации на всех этапах.

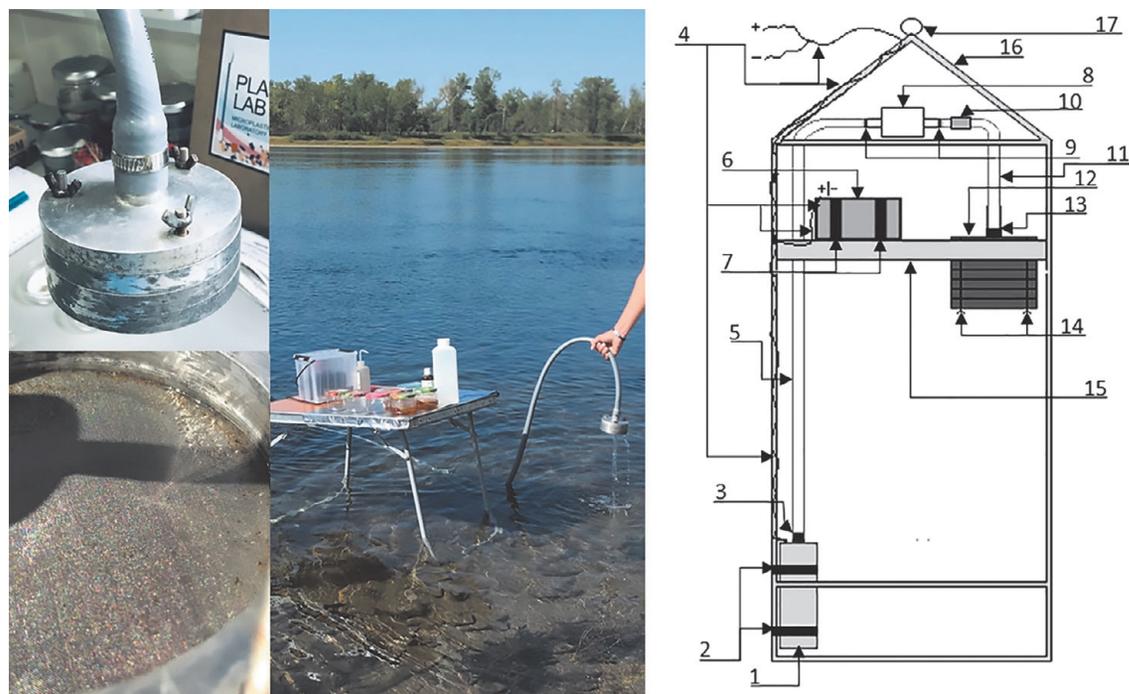


Рис. 3 – Автономная фильтровальная система ПластикЛаб РГГМУ HydroPuMP-5
Слева: специальная насадка со сменными металлическими фильтрами гарантирует изоляцию образца и минимизирует воздушное загрязнение.
Справа: сборная конструкция пробоотборника на жесткой раме, с насосом (1), навесным аккумулятором (6), счетчиком воды (8) и фильтровальной насадкой (14)

1.2. Пробоподготовка и извлечение частиц микропластика из проб

1.2.1. Лабораторная обработка сеточных проб

Собранный сетью материал с помощью профильтрованной воды переносится в большую, желательно плоскую емкость, и визуально выбираются все потенциальные частицы пластика. При этом используется лампа с увеличительным стеклом и подсветкой. После этого образец смывают на каскад сит 1 мм и 0.5/0.3 мм для финальной проверки. Все выбранные частицы нумеруют, фотографируют и складывают в пробирки 2–5 мл до дальнейшего спектроскопического анализа в лаборатории. Все частицы, найденные в поверхностных пробах, взвешивают на аналитических, если возможно, микровесах перед анализом на спектрометре, так как большинство частиц разрушается в процессе анализа. Минимальный размер частиц, возможный для количественного извлечения при такой визуальной сортировке, составляет 0.5 мм (500 мкм). Текстильные волокна не включаются в базу данных по причине большой вероятности как прохождения волокон через ячейку сети (толщина текстильных волокон в среднем около 15 мкм), так и неполного их извлечения из пробы при использовании метода визуальной сортировки. Более того, как показали последние исследования (Alling, 2023; Жданов, 2023), при пробоотборе сетями велика вероятность загрязнения

пробы текстильными волокнами. При этом технические волокна, представляющие собой твердые куски пластика, но из-за большого соотношения длины к ширине относящиеся к классу волокон, включаются в базу данных.

1.2.2. Лабораторная обработка проточных проб

С ростом числа исследований загрязнения микропластиком окружающей среды стремительно развиваются и методы лабораторной обработки проб различных матриц (а некоторые уже даже успели устареть). Рекомендуемые аналитические протоколы для извлечения частиц менее 300 мкм описаны как в международных руководящих документах (AMAP, 2021a; GESAMP, 2019, ISO/FDIS, 2023), так и в монографиях (Stock et al., 2022; Zeng et al., 2024, Чубаренко и др., 2021) и научных обзорах (например, Li et al., 2018; Lusher & Primpke, 2023; Prata et al., 2019; Shim et al., 2017; Stock et al., 2019; Thornton Hampton et al., 2023; Зобков, Есюкова, 2018). В то время как для сложных матриц (почва, осадок сточных вод и другие насыщенные природным органическим веществом среды) пока вопрос пробоподготовки недостаточно проработан (Monteiro & Pinto Da Costa, 2022; Thornton Hampton et al., 2023), подходы к извлечению частиц из гомогенных матриц, с невысоким содержанием органического вещества, хорошо описаны и известны.

Для извлечения частиц микропластика из природной матрицы (вода, донные отложения) применяются следующие методы: 1) физические методы отделения частиц микропластика от пробы (просеивание, фильтрация, центрифугирование, плотностное разделение) и 2) химические методы, используемые для разложения природного органического вещества пробы с помощью кислот, щелочей, окислителей, а также ферментов. Главной целью пробоподготовки является изолирование потенциальных частиц микропластика от мешающих дальнейшему спектроскопическому анализу компонентов природных вод и осадков. Подробные описания общепринятых протоколов можно найти в вышеперечисленных документах и публикациях, а также в находящейся в печати монографии (Ershova, Frank, 2024). Ниже представлены особенности подходов лабораторий ИО РАН и ПластикЛаб РГГМУ.

Лабораторный протокол ИО РАН (в совместных проектах с норвежским институтом водных исследований, NIVA). Для удаления органического вещества пробы используется 10 % КОН. Разложение происходит в банках/пробирках, в которых фильтры хранились после пробоотбора, в инкубаторе при температуре 40 °С, скорости перемешивания 100 об./мин в течение 24 часов. После этого образцы профильтровываются через фильтры GF/A, диаметром 47 мм (диаметр пор 0.7 мкм), которые хранятся в чашках Петри. Все работы с открытыми пробами ведутся в ламинарном шкафу. Вся используемая посуда предварительно промывается профильтрованной водой или MilliQ, растворы реактивов фильтруются через фильтры GF/A.

Лабораторный протокол ПластикЛаб РГГМУ. Для обработки проточных проб воды применяются два подхода, в зависимости от количества органического вещества в пробе. Для более насыщенных природным органическим веществом проб

(Баренцево море, Балтийское море, р. Нева) применяется пероксидное окисление (WPO – wet peroxidation) с использованием реактива Фентона: 35 % H_2O_2 (20 мл) в присутствии катализатора (10 мл) сульфата железа 0.05 М Fe(II). Образцы (взвешенное вещество, осажденное на нейлоновых фильтрах) выдерживаются в термостаканах на водяной бане при температуре не выше 60 °С, в течение 15–20 минут (до окончания кипения), при необходимости добавляется дополнительно еще 20 мл перекиси. После этого пробы отстаиваются при комнатной температуре 24 часа. Дополнительно добавляется 2–3 мл разбавленной соляной кислоты HCl для растворения оставшегося органического вещества. Для обработки проб Южного океана, где концентрации микропластика заведомо крайне низкие, ПластикЛаб применяет более щадящее щелочное разложение с помощью суточной инкубации пробы в растворе 10 % KOH, с подогревом (идентично с протоколом ИО РАН). После этапа растворения органического вещества образец смывается с фильтра профильтрованной водой и осаждается (в вакуумной установке) на стекловолоконные фильтры диаметром 47 мм с диаметром пор 0.7 мкм и высушивается в чашке Петри, после чего хранится в таком виде до следующего этапа – идентификации частиц.

1.3. Классификация, общая характеристика и идентификация частиц

Идентификация полимерного состава всех найденных частиц служит нескольким целям: (i) подтверждения того, что частица является микропластиком (в отличие от встречающихся в природе материалов), и (ii) получения дополнительной информации о конкретных случаях встречаемости разных типов полимеров и отслеживания потенциальных источников. Кроме того, для проведения оценки токсикологического риска решающее значение имеет точная и надежная характеристика химического состава частиц микропластика в пищевых продуктах и образцах окружающей среды, поскольку химическая природа частиц может влиять на токсическое воздействие на организмы.

Первым этапом является визуальная идентификация (визуальная сортировка, визуальный анализ) – анализ фильтра при помощи микроскопа (стереомикроскопа), когда по внешним признакам определяются так называемые потенциальные частицы микропластика, описываются их характеристики и проводится классификация частиц. До недавнего времени визуальная идентификация часто использовалась как единственный метод анализа и приводила к ложным положительным результатам, завышая реальную численную концентрацию частиц микропластика в исследуемом образце (Hidalgo-Ruz et al., 2012). Очевидно, что только по внешним признакам (отсутствие клеточной структуры, выровненность волокон, цвет и т. п.) невозможно достоверно идентифицировать и отнести частицу к синтетическому полимеру. Поэтому, согласно последним рекомендациям (AMAP, 2021б), этап химической идентификации, то есть определение полимерного состава всех найденных частиц для подтверждения их принадлежности к синтетическим полимерным материалам, является обязательным.

Рекомендации по первичному визуальному анализу микропластика (Lusher et al., 2020; Primpke et al., 2020) представлены на основе таких параметров, как цвет, равномерность окрашивания (выцветание), форма (морфология), свойства поверхности (отражение света), а также размерные характеристики (ширина, длина и площадь). В большинстве исследований микропластик классифицируется по пяти категориям морфологии: фрагменты, гранулы/сферы, пленки, частицы вспененного материала (пена) и волокна (GESAMP, 2019). Визуальный анализ крупных частиц (>500 мкм) возможно проводить без специального аппаратного обеспечения, однако частицы малых размеров (<500 мкм) для визуального определения требуют применения микроскопов (Silvestrova, Stepanova, 2021).

Определение полимерного состава возможно только с помощью инструментов, исследующих химический состав вещества; к ним относятся инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье (ИК-Фурье, FTIR), спектроскопия комбинационного рассеяния света (КРС или Рамановская, Raman), пиролизная газовая хроматография с масс-спектрометрией (Py-GC-MS). Каждый метод имеет свои преимущества и ограничения в исследовании частиц микропластика: разрушающие/неразрушающие методы, ограничение по размеру идентифицируемых частиц, работа с волокнами, люминесценция и другие. Подробные сравнительные описания этих методов даны в монографиях и научных обзорах (например, Stock et al., 2022; Zeng et al., 2024; Чубаренко и др., 2021). После спектроскопического анализа проводится заключительный подсчет частиц микропластика в образце.

Часто для ускорения и облегчения последующего этапа спектроскопии проводят предварительное тестирование потенциальных микропластиковых частиц горячей иглой: при приближении нагретой иглы полимерные частицы плавятся, часто с выраженным синтетическим запахом, в то время как природные органические частицы либо совсем не реагируют, либо темнеют и сгорают. При использовании данного метода необходимо соблюдать определенные условия во избежание возможных ошибок определения: образец должен быть обязательно сухим, температура иглы должна быть достаточно высокой, а каждая частица должна просматриваться индивидуально под увеличением на микроскопе. Тем не менее, при должной тренировке и опыте инженера-лаборанта, метод оказывается одним из наиболее удобных и дешевых для предварительного подтверждения синтетической природы найденной частицы. Однако этот метод не дает 100 % достоверного результата, как и сведений о типе полимера и на данный момент не может быть признан достаточным для идентификации пластика.

Идентификация микропластика в ИО РАН. Подповерхностные пробы сначала проходят визуальную идентификацию (сортировку) под микроскопом (увеличение 20×) с фотографированием всех найденных частиц, определением морфологии (фрагменты, волокна, пленки, гранулы и пена) и измерением размерных характеристик (длина, ширина, площадь поверхности) (Lusher et al., 2020; Yakushev et al., 2021). Полимерный состав всех потенциальных пластиковых частиц определяется индивидуально для каждой частицы с помощью метода инфракрасной спектроскопии с

преобразованием Фурье. Частицы размером больше 0.5 мм анализируются на спектрометрах Perkin Elmer Spotlight 400 FTIR (Frontier ATR) или Perkin Elmer Spectrum Two with DTGS Detector в режиме отражения. Частицы, отобранные проточной системой (менее 0.5 мм), анализируются на Perkin Elmer Spotlight 400 micro-FTIR с использованием DCC (diamond compression cell) в режиме пропускания (в лаборатории NIVA). Измерения проводятся при спектральном разрешении 4 см^{-1} в диапазоне от 4000 до 600 см^{-1} . Согласие полученных спектров со спектрами библиотек выполняется в программе Spectrum 10 (v. 10.6.2). Каждый спектр сравнивается с несколькими различными библиотеками: библиотекой PerkinElmer ATR Polymers, библиотекой BASEMAN (Primpke et al., 2018) и несколькими собственными библиотеками, включая эталонные полимеры, различные текстильные материалы и потенциальные источники лабораторного загрязнения. Все полученные спектры проверяются вручную для контроля согласия со спектрами библиотеки. Идентификация частиц с размерами $>1 \text{ мм}$ проводится также с использованием портативного БИК спектрометра MicroNIR (Pakhomova et al., 2020). Масса частиц в подповерхностных пробах рассчитывается, исходя из размеров частицы и ее плотности (Yakushev et al., 2021).

Идентификация микропластика в ПластикЛаб РГГМУ. Проточные пробы проходят визуальную сортировку с помощью стереомикроскопа (увеличение 40×): подсчет и категоризация всех найденных микрочастиц (определение формы, размеров, цвета и типа частицы), создание фото-базы данных. Параллельно проводится отбор потенциальных частиц с помощью тестирования горячей иглой. Чашка Петри размечается по секторам с найденными частицами (картирование фильтра). Исследование химического состава микрочастиц проводится неразрушающим и бесконтактным оптическим методом – методом КРС. Съемка спектров осуществляется в геометрии обратного рассеяния (рассеяние назад) на спектрометре КРС Senterra (Bruker) в ресурсном центре «Оптические и лазерные методы исследования вещества» Научного парка Санкт-Петербургского государственного университета. Для возбуждения комбинационного рассеяния используется твердотельный лазер с длиной волны 785 нм. Фактическая мощность под 50х объективом с числовой апертурой 0.75 составляет от 0.06 до 1 мВт и для каждого образца подбирается индивидуально с целью не допустить возможного разрушения образца. Использование лазера с длиной волны, принадлежащей ближнему ИК диапазону, позволяет существенно уменьшить люминесценцию в области полезного КРС сигнала по сравнению с использованием лазеров с длиной волны видимого диапазона. Время накопления составляет от 100 до 200 секунд, число повторов – 2. Для минимизации люминесценции от предметного стекла используется конфокальный режим съемки с диаметром ирисовой конфокальной апертуры 50 мкм. Дополнительно для большей наглядности и возможности сравнения со спектрами из баз данных осуществляется кусочно-линейное вычитание базовой линии. Идентификация веществ осуществляется путем сравнения частот пиков полученных спектров с пиками в спектрах КРС веществ из баз данных. Исследуется состав всех (100 %) частиц на фильтре. Частицы целлюлозы с идентифицируемыми промышленными пигментами рассматриваются как антропогенные частицы (чаще представлены волокнами).

2. Обеспечение качества и контроль качества анализа

Размер частиц, относящихся к классу микропластика, варьирует в широком диапазоне, 1 мкм – 5 мм (ISO/FDIS 24187:2023), и, как показывают исследования, чем меньше размер частиц, тем большая их концентрация встречается в природных водах (Lindeque et al., 2020). Но чем меньше размер частиц, который мы пытаемся исследовать, тем больше риск внешнего загрязнения проб, особенно в случае микроволокон, так как они окружают нас везде, включая воздух (Brander et al., 2020; Prata et al., 2021; Torre et al., 2016). Меры по обеспечению качества и контролю качества (ОК/КК, в англоязычной литературе QA/QC – Quality Assurance / Quality Control) (Brander et al., 2020; Prata et al., 2021; Schumanski et al., 2021; Torre et al., 2016) необходимо интегрировать в исследования загрязнения частицами микропластика в пробах окружающей среды, чтобы избежать систематической ошибки. Чистота проб может быть нарушена на протяжении всего процесса пробоотбора, например, из-за загрязнения волокнами из воздуха или с одежды во время отбора проб (Prata et al., 2021), а также частицами от оборудования для пробоотбора или с судна. В лаборатории загрязнение может произойти через лабораторное оборудование, реактивы, воду, а также защитную одежду. При исследованиях, удаленных от потенциальных источников загрязнения водоемов (таких как, например, моря Арктики и Антарктики), контроль загрязнения еще более важен из-за ожидаемых сравнительно низких концентраций.

Также необходимо проводить проверку качества анализа (качественного и количественного) для каждого используемого метода. Методы экстракции могут недостаточно удалять мешающую идентификации непластиковую матрицу (минеральные частицы, природное органическое вещество) или не извлекать пластиковые частицы в количественном отношении. Кроме того, во время транспортировки, обработки, фильтрации и анализе проб может произойти потеря частиц (Way et al., 2022), а при анализе частиц могут возникать ошибки определения формы, количества, массы и химического состава частиц (Kögel et al., 2023).

Например, международный (и первый в России) сличительный межлабораторный эксперимент, проведенный в 2021 г. в рамках Трехстороннего сотрудничества по Финскому заливу, в котором от Российской Федерации участвовала лаборатория ПластикЛаб, показал, что аналитические протоколы всех лабораторий-участников (Финляндии, Эстонии и России) имеют свои ограничения и приводят в конечном итоге как к переоценке, так и к недооценке численных концентраций микропластика в воде и донных отложениях (Ершова и др., 2024). Переоценка концентраций микропластика была вызвана внешним загрязнением на каком-либо из лабораторных этапов, а недооценка была связана с недоэкстракцией частиц из матрицы (донных отложений) из-за неправильного выбора лабораторной посуды (стакан/воронка), недостаточной плотностью раствора используемой соли или избыточным числом этапов обработки пробы (в данном случае на этапе плотностного разделения), когда происходила потеря образца. Похожие выводы были сделаны в ходе крупного европейского межлабораторного сличительного эксперимента (Thornton Hampton et al., 2023), где было

установлено, что с увеличением количества этапов обработки образца с повышением сложности матрицы (вода–грунт–биота) уменьшалась точность определения концентраций микропластика (уменьшалась степень извлечения частиц). Действительно, в настоящее время на передний план выходит эффективность извлечения (экстракции) частиц из пробы. Для этого нужно стараться уменьшить число этапов пробообработки для минимизации внешнего загрязнения, но при этом использовать соли с достаточной плотностью и реактивы, удаляющие органические примеси с первого раза (Lusher & Primpke, 2023).

Все эти проблемы могут повлиять на точность и сопоставимость данных и, если их не признавать и не контролировать, могут привести к вводящим в заблуждение результатам. Таким образом, меры ОК/КК должны включаться во все исследования загрязнения микропластиком, и их результаты обязательно сообщаются, и в идеале количественно оцениваются как погрешности измерения. Другим важным этапом на пути гармонизации методик и сравнимости данных является проведение межлабораторных сличительных испытаний как для полевых работ, так и для лабораторного анализа (например, Cadiou et al., 2020; Kotar et al., 2022; Thornton Hampton et al., 2023).

Вопросы обеспечения качества и контроля качества исследований (ОК/КК), включая меры для процедур пробоотбора и пробообработки, как правило, подробно описываются в международной литературе, однако в русскоязычной эти вопросы практически не освещаются, что усложняет проверку достоверности и качества представляемых результатов. Ниже описаны процедуры, проводимые в лабораториях ИО РАН и ПластикЛаб с учетом международных рекомендаций, а также некоторые результаты собственных экспериментальных исследований.

2.1. Контроль загрязнения или обеспечение качества анализа (ОК)

Для контроля загрязнения пробоотбора и лабораторного анализа необходимо проводить анализ холостых проб (по англ. “blanks”), или отрицательных контролей, что позволит определить уровень и потенциальные источники загрязнения частицами. Наиболее полный результат даст отбор холостой пробы при пробоотборе (смыв фильтрованной водой с сети или фильтровальной установки) и дальнейшая обработка холостой пробы так же, как и реальной. При этом будет учитываться загрязнение как во время пробоотбора, так и при транспортировке, пробоподготовке и анализе. Для выявления источника загрязнения можно добавлять отдельно холостую пробу при пробоподготовке и проводить проверку чистоты воздуха в лаборатории. Учет любых выявленных источников загрязнения добавляет еще один уровень сложности к представлению данных и ОК/КК. Найденные частицы в холостых пробах либо используются для коррекции полученных концентраций по общему числу частиц (достаточно редко, например, в Emberson-Marl et al., 2023), либо проверяются на наличие в пробах конкретных полимеров, найденных в холостых пробах, и проводится выборочная коррекция результатов. Иногда данные холостых проб предоставляются как

дополнительная информация, а никакой поправки в данные не вносится (рисунок 4). Такой подход применим, например, в мониторинговых программах для выявления уровня загрязнения разных районов и обнаружения проблемных участков.

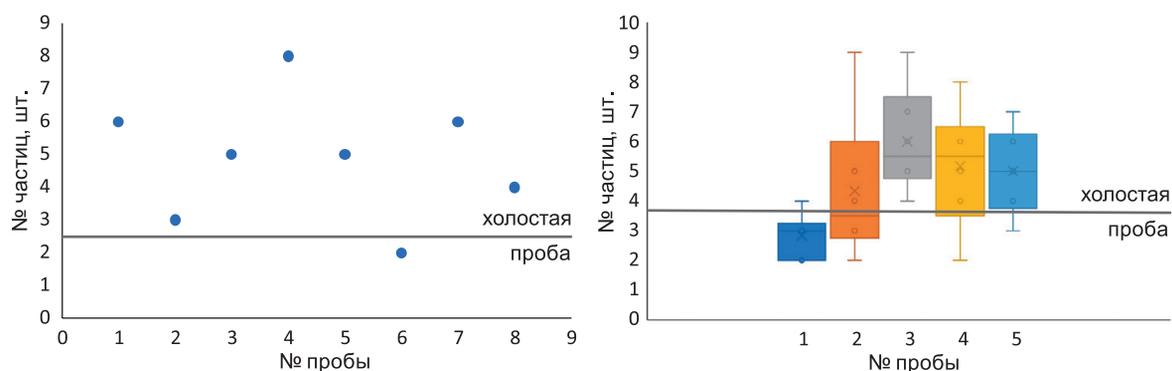


Рис. 4 – Примеры представления данных холостых и реальных проб

Результаты анализа холостой пробы определяют предел обнаружения используемого метода. На данный момент большинство исследований не предоставляют информацию о пределе обнаружения и пределе определения для используемого в работе метода. В работах, где такие вычисления были сделаны, практически все полученные концентрации находятся ниже пределов, рассчитанных по стандартному методу как среднее значение холостой пробы плюс 3 и 10 значений стандартного отклонения для предела обнаружения и определения, соответственно. На данный момент становится понятно, что для получения корректных значений необходимо проанализировать достаточно большое число холостых проб, так как значения холостой пробы варьируют в широком диапазоне, что приводит к очень высокому стандартному отклонению сигнала и соответственно пределу обнаружения.

Предел обнаружения микропластика также напрямую зависит от профильтрованного объема воды. При фильтрации 100 л воды предел обнаружения составит 10 шт/м³, т. е. при отсутствии частиц пластика в такой пробе 0 будет означать, что в пробе может содержаться <10 шт/м³, что является достаточно высоким значением. Как уже упоминалось выше, рекомендуемый минимальный объем профильтрованной воды для подповерхностных проб составляет 1 м³, что дает предел обнаружения 1 шт/м³, для сеточных проб – 100 м³ и 0.01 шт/м³, соответственно. Эти значения необходимо учитывать при планировании пробоотбора и выбора минимального объема воды для фильтрации.

Согласно протоколам ИО РАН и ПластикЛаб РГГМУ, холостые пробы отбираются как во время пробоотбора (“field blanks”), так и во время пробообработки (“procedural / lab blanks”). В случае сеточных проб проводится смыв с чистой нейстонной сети перед отбором, в случае проточных проб – смыв с фильтров. При продолжительном пробоотборе в среднем отбирается одна холостая проба на десять проб. При кратном отборе проб холостая проба отбирается каждый раз. Для контроля загрязнения перед каждым отбором нейстонная сеть без стакана промывается снаружи

морской водой, а через примерно 10 пробоотборов (по мере загрязнения) стирается в стиральной машине. Состав всех пластиковых материалов, использованных при отборе проб, определяется и учитывается при анализе для коррекции результатов: материал сети, лодки, шланга для насоса, краска, которой окрашено судно и т. п.

Для контроля и минимизации внешнего загрязнения в лаборатории должны выполняться следующие действия. Для мытья оборудования и рабочих поверхностей можно использовать только дистиллированную и фильтрованную воду, а также х/б салфетки. Вся пробоподготовка проводится в ламинарном шкафу, а одежда, используемая в лаборатории, должна быть только из натуральных материалов без ворса (хлопок, шерсть и т. д.). Рекомендуется использовать рабочую одежду (халаты) яркого цвета. Обязательно использование липкого ролика для очистки одежды перед каждым входом в лабораторию, так как значительное число волокон попадает в пробы именно с рабочей одежды. Состав всех пластиковых материалов лабораторного оборудования учитывается для коррекции результатов, а также состав одежды – в случае включения в анализ волокон. Фильтрованная вода используется для получения холостых проб в процессе лабораторной пробообработки, проходя все стадии обработки, как и реальная проба. Для контроля загрязнения из воздуха во время всех манипуляций с пробой в лаборатории рядом ставится открытая чашка Петри со смоченным фильтром, который потом проходит все этапы идентификации. Все холостые пробы анализируются по той же схеме, что и реальные пробы. Примеры возможного уровня внешнего загрязнения микропластиком при пробоотборе и пробообработке в лаборатории представлены на рисунке 5.

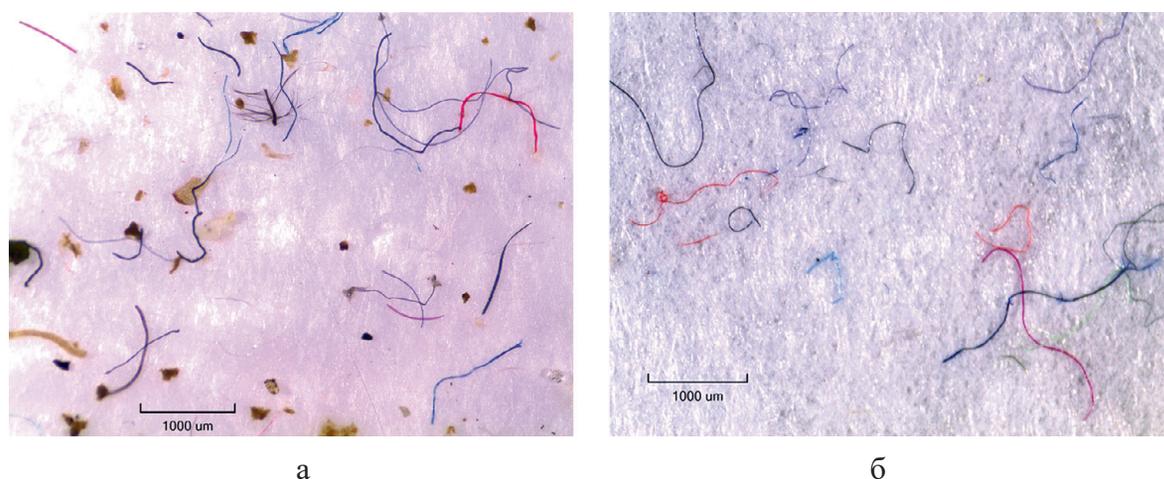


Рис. 5 – Частицы, найденные при смыве с чистой нейстонной сети (“field blanks”) (а) и частицы, обнаруженные на липком валике после очистки лабораторного халата (б)

2.2. Контроль качества анализа (КК)

Проблемы, рассмотренные выше, связаны с потенциальной погрешностью завышения оценок микропластика в природной пробе из-за внешнего загрязнения. Для того, чтобы избежать или скорректировать погрешность занижения результата,

необходимо провести проверку метода для определения эффективности извлечения микропластика. Этого можно достичь, добавляя в образцы в начале процесса известное количество эталонного микропластика с последующим проведением процедур отбора проб, экстракции и анализа этих образцов и количественной оценкой извлечения. Используемые эталонные частицы микропластика должны точно представлять ожидаемые в пробах частицы по размеру, форме и типу полимера. Кроме того, точное исходное содержание полимера в эталонном образце (в идеале природном) должно быть известно заранее. Оба требования могут быть выполнены лишь в ограниченной степени. Для контроля качества анализа в лаборатории необходимо проводить тест на степень извлечения частиц микропластика, как для сеточных, так и проточных проб, для каждого метода, используемого в исследовании, а также контролировать правильность идентификации частиц. Результаты таких экспериментов позволяют оценить качество конкретного применяемого метода анализа.

В рамках международного проекта WEPAL-QUASIMEME/NORMAN был разработан способ производства стандартных образцов микропластика (фрагменты и сферы, размер 120–350 мкм) в виде растворимых в воде таблеток (Martínez-Francés et al., 2023; van Mourik et al., 2021). Данные образцы вместе с образцами гранул различного состава (размер 2–4 мм) были использованы для проведения межлабораторного эксперимента (с участием 34-х лабораторий) для оценки точности качественного и количественного анализа частиц микропластика (полимерный состав частиц в образце и число частиц данного полимера в образце, van Mourik et al., 2021). Результаты показали, что при определении частиц размером меньше 0.5 мм существуют проблемы в определении как качественного (33–80 % правильных результатов), так и количественного состава (стандартное отклонение найденного количества частиц от среднего 29–91 %). При идентификации крупных частиц микропластика, 2–4 мм, также были ошибочные определения типа полимера частиц, доля правильных результатов составила 56–100 %. Таким образом, результаты данного межлабораторного эксперимента показали, что методы качественного и количественного анализа частиц микропластика срочно нуждаются в гармонизации.

В ПластикЛаб РГГМУ в 2022 г. проводился эксперимент по экстракции частиц (стандартных образцов в виде полистироловых гранул размером 200–350 мкм) из природных донных отложений (из Ладожского озера), где сравнивались результаты с использованием делительной воронки и лабораторного стакана на этапе плотностного разделения, как наиболее используемых двух видов посуды для этого этапа аналитических работ. Эксперимент показал, что в среднем степень извлечения частиц с помощью делительной воронки – 98 %, а с помощью стакана – только 60 % (Ершова и др., 2024).

В ИО РАН эксперимент по оценке степени извлечения частиц проводился в 2021–2022 гг. в ходе международных проектов с NIVA. В случае сеточных проб, стандартный материал из четырех полимеров (полиэтилен, полипропилен, полистирол и полиамид) добавлялся в стакан сети, содержащий некоторое количество собранной морской взвеси: в образцы добавляли 27 частиц размером 0.5–4.5 мм

(рисунок 6а, б). В случае проточных проб, в емкость со смывом с фильтра добавляли стандартные материалы микропластика в виде водорастворимых таблеток (Martínez-Francés et al., 2023), содержащих 106 частиц трех различных полимеров (полиэтилен, полистирол и поливинилхлорид) с размером частиц 120–350 мкм (рисунок 6в). Образцы с добавленным микропластиком обрабатывали так же, как и остальные пробы. Для каждого метода было выполнено 3 повтора для оценки достоверности результатов. Все этапы анализа были выполнены в соответствии с обработкой полевых образцов, включая пробоподготовку, визуальную сортировку и измерения на спектрометре ИК Фурье.

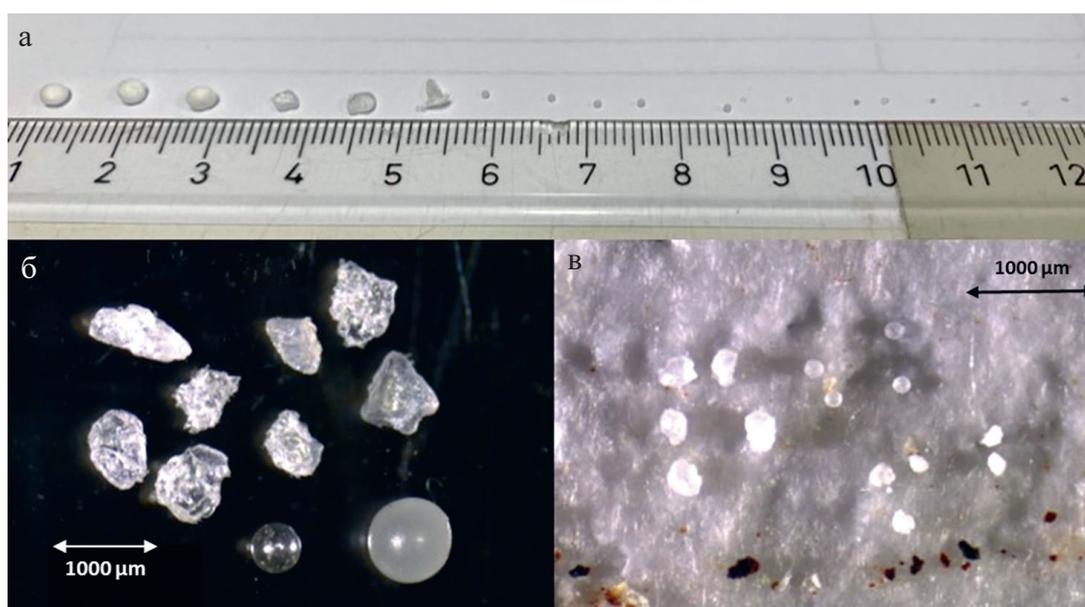


Рис. 6 – Частицы микропластика, найденные при проверке степени извлечения для сеточных проб (а, б) и проточных проб (в) в эксперименте ИО РАН

Результаты проверки качества анализа микропластика, проведенные в ходе проектов ИО РАН–NIVA, показаны в таблицах 2 и 3. Степень извлечения частиц составила 96 % и 94 % для сеточных и для проточных проб, соответственно. В случае сеточных проб при визуальной сортировке были не найдены только частицы полиамида, обладающие отрицательной плавучестью и очень редко встречающиеся в реальных пробах поверхностной воды. Степень извлечения частиц с положительной плавучестью для данного метода составила 100 %. В случае проточных проб использовались стандартные материалы микропластика, в которых суммарное число частиц (106 шт.) имеет стандартное отклонение около 9 %. Обнаруженное число частиц составило в среднем 100 шт., что входит в допустимый интервал погрешности. Правильность идентификации полимерного состава частиц микропластика составила 100 % для обоих методов.

Табл. 2 – Результаты проверки степени извлечения микропластика, сеточные пробы

Частицы МП				Добавлено	Обнаружено			
тип полимера	форма	размер, мм	плаву- честь		1 образец	2 образец	3 образец	среднее
EPS	гранула	2–3	+	3	3	3	3	3
PP	гранула	2–3	+	2	2	2	2	2
PP	фрагмент	1×4	+	1	1	1	1	1
PE	сфера	0.8–1	+	6	6	6	6	6
PP	фрагмент	0.5–1	+	3	3	3	3	3
PS	сфера	0.5–0.7	–	3	3	3	3	3
PE	фрагмент	0.5–1	+	6	6	6	6	6
PA	фрагмент	0.5–1	–	3	3	1	2	2
всего				27	27	25	26	26
степень извлечения					96 %			

Табл. 3 – Результаты проверки степени извлечения микропластика, проточные пробы

Частицы МП				Добавлено	Обнаружено			
тип полимера	форма	размер, мкм	плаву- честь		1 образец	2 образец	3 образец	среднее
PVC	фрагмент	150–250	–	36 ±3	46	32	40	39±7
PS	фрагмент	200–350	–	35 ±5	28	40	36	35±6
PE	сфера	120–150	+	29 ±5	27	21	31	26±5
всего				106 ±9	101	93	107	100±7
степень извлечения					94 %			

3. Представление результатов исследования

Поскольку в настоящее время невозможно полностью стандартизировать методы отбора проб и анализа микропластика, для сравнения результатов и создания глобальных баз данных основное внимание следует уделить форме представления результатов исследований. Для всех исследований микропластика необходимо представлять данные по местоположению отбора проб, глубины отбора, минимальной фракции отбираемых частиц (то есть размер ячеек сети/фильтра), число всех найденных и подтвержденных пластиковых частиц, численные концентрации частиц, а также обязательно к представлению подробное описание методов ОК/КК (таблица 4).

Нижняя граница размера микропластика отличается в разных исследованиях, поэтому рекомендуется представлять концентрацию микропластика в четырех размерных диапазонах, где это актуально: < 100 мкм, 100–300 мкм, 300 мкм–1 мм и 1–5 мм (АМАР, 2020б). Сеточные пробы в основном ограничены размером 300 мкм, тогда как проточные – 100 мкм и ниже. При этом достоверно известно, что численная концентрация частиц микропластика возрастает с уменьшением размерной фракции – иногда на несколько порядков (Lindeque et al., 2020; Kiefer et al., 2023; Rist et al., 2020), а при использовании фильтровальных систем в численных концентрациях микропластика доминирует наименьшая фракция, 10–100 мкм (Rist et al., 2020). Представление

результатов проточных проб в нескольких размерных диапазонах даст возможность сравнить содержание и характеристики частиц на поверхности вод и в водной толще и лучше понять их поведение и распространение в природных водах (Zhdanov et al., 2023).

Табл. 4 – Представление результатов исследований загрязнения микропластиком природных вод (дополнено АМАР, 2021б)

<p>Обязательные данные</p> <ul style="list-style-type: none">• Дата• Местоположение (координаты)• Метод пробоотбора (с указанием размера ячеи, определяющего минимальный размер микропластика)• Глубина отбора пробы• Объем профильтрованной воды / Площадь или дистанция, пройденная нейстонной сетью• Число найденных частиц (шт.)• Численные концентрации в разных единицах (шт/км², шт/м³), способ расчета или пересчета• Полимерный состав всех частиц (форма представления – таблица 1, Приложение А)• % частиц от общего числа потенциальных частиц, отобранных для полимерного анализа и подтверждение синтетической природы• Информация о том, какие полимеры включены в базу данных (синтетические, полусинтетические, все антропогенные частицы и т.д.)• Цвет (таблица 2, Приложение)• Морфология / форма частиц• Размер всех частиц• Концентрация для размерных категорий (< 100 мкм, 100 – 300 мкм, 300 мкм – 1 мм, >1 мм)• Массовые концентрации (мг/км², мг/м³)• Отдельно концентрация волокон и концентрация полусинтетических волокон (если определялись) <p>ОК/КК</p> <ul style="list-style-type: none">• Холостые пробы (отрицательный контроль), способ коррекции загрязнения• Предел обнаружения метода• Контроль качества анализа (положительный контроль) <p>Вспомогательные/дополнительные метаданные</p> <ul style="list-style-type: none">• Скорость и направление ветра• Состояние моря• Близость к берегу/стоку реки/заливу• Близость к выпускам сточных вод

Идентификация состава волокон не всегда является возможной, и, кроме того, представляет собой очень времязатратный и дорогостоящий анализ. Некоторые исследовательские группы вносят в базу данных все найденные волокна, безотносительно их состава, так как все волокна являются антропогенными микрочастицами. Другие идентифицируют некоторую долю волокон и экстраполируют результат на все найденные частицы. Открытым является также вопрос, включать ли полусинтетические волокна в базу данных, например, вискозу и ацетат целлюлозы – искусственный материал, который производят из натурального сырья, целлюлозы. Такие волокна представляют собой достаточно хрупкий материал, легко разрушающийся при анализе и, таким образом, не являются «устойчивым» загрязнителем. Кроме того,

спектры целлюлозы и вискозы в некоторых случаях достаточно тяжело отличить друг от друга, автоматическое сравнение с библиотеками часто дает ошибку, необходима проверка вручную каждого спектра специалистом. Все это приводит к невозможности сравнения данных, полученных разными исследователями. Поэтому при представлении полученных концентраций микропластика рекомендуется дополнительно отдельно давать концентрацию волокон. При возможности, наряду с синтетическими волокнами целесообразно представлять дополнительно концентрацию всех найденных волокон. Поведение волокон и фрагментов в природных водах отличается (Pakhomova et al., 2022), и такая информация является необходимой для понимания наблюдаемых распределений микропластика и происходящих процессов.

Полученные концентрации для проточных проб выражаются в количестве частиц микропластика на объем (шт/м³ или шт/л). Концентрации сеточных проб могут быть выражены как в единицах объема, так и в единицах площади (шт/км²). Исследователи пока не сошлись во мнении, какое выражение является более корректным, и в литературе встречаются либо один, либо другой вариант, в редких статьях можно встретить оба варианта. Однако, при сравнении концентраций в единицах объема и в единицах площади можно получить разные соотношения. Например, при сравнении данных, полученных в работах (Lusher et al., 2015; Pakhomova et al., 2024), соотношение концентраций составило 6.5 раз в единицах объема и 2.7 раз в единицах площади, соответственно (таблица 5). В данном случае эта разница, возможно, объясняется размерами рамы сети: в одном случае использовали 10 см слой воды, в другом – 20 см. Перерасчет объемных концентраций в (Pakhomova et al., 2024) на 10 см слой воды приводит к значению разницы между двумя исследованиями в 3.3 раза, что более близко к разнице, получаемой для концентраций в единицах площади. Это свидетельствует о том, что частицы, отбираемые сетями, находятся именно на поверхности или, по крайней мере, в слое 10–20 см их нет. Таким образом, выразить концентрацию сеточных проб более правильно в единицах площади. Такой подход возможен не для всех исследований, например, при измерениях в реке, где сеть стоит в одной точке или ее буксируют против течения, концентрация будет выражаться в единицах объема воды, прошедшей через сеть. Но, если это возможно, концентрацию следует выражать в разных единицах для последующего сравнения результатов разных исследований.

Табл. 5 – Сравнение результатов двух исследований

	Численность		Размер рамы сети / высота, используемая в расчетах, см
	шт/м ³	шт/км ²	
(1) Lusher et al., 2015	0.34	28	16×60 / 10
(2) Pakhomova et al., 2024	0.052	10.3	40×60 / 20
Соотношение концентраций, (1)/(2)	6.5	2.7	

Все чаще к исследованиям загрязнения частицами микропластика природных объектов предъявляются требования о предоставлении не только численной, но и массовой концентрации. Численность не является абсолютно достоверным показателем,

частицы могут подвергаться фрагментированию во время анализа, завышая тем самым численную концентрацию частиц микропластика в объекте исследования. Распределение микропластика в численных и массовых единицах могут сильно отличаться, представлять совершенно другую картину и приводить к другим выводам. Например, в (Pakhomova et al., 2022) показано, что содержание подповерхностного микропластика в Сибирской Арктике и центральной Атлантике практически одинаково в численных единицах, но отличается на порядок в единицах массы. Также показано (Zhdanov et al., 2023), что частицы микропластика, плавающие на поверхности моря, намного крупнее тех, которые находятся в водной толще (рассматриваемые в диапазоне 1–5 мм), что приводит к значительной разности в массовых концентрациях – более, чем на порядок. При этом численная концентрация частиц поверхностного микропластика на 2 порядка ниже, чем подповерхностного микропластика.

Для расчета баланса микропластика в водной среде также необходимы данные о его массе. Считается, что большая часть микропластика находится в осадках, и основная часть найденных частиц имеет размер менее 500 мкм (Bergmann et al., 2017). Массовая концентрация микропластика в осадках и его доля от общего содержания в водной среде может оказаться меньше, чем предполагалось. Для моделирования процессов, происходящих с микропластиком в природных водах, также нужны массовые концентрации (Berezina et al., 2021). Массу частиц >1 мм можно измерить на аналитических или микровесах. Массу меньших частиц напрямую измерить невозможно, но ее можно рассчитать, исходя из размера частицы и ее плотности (Alling, 2023; Simon et al., 2018; Yakushev et al., 2021).

Характеристику частиц по цвету и полимерному составу рекомендуется делать согласно международным рекомендациям (таблицы 1 и 2 в Приложении А).

При отборе проб морской воды на микропластик важно также обязательно учитывать гидрометеорологические условия исследования. Метеорологические условия часто являются ограничивающим фактором для отбора проб поверхностной воды. Скорость ветра может влиять на вертикальное перемешивание частиц в верхних слоях водной толщи (Kukulka et al., 2012). Для корректировки количества частиц с учетом эффекта перемешивания, вызванного ветром, используется поправочный коэффициент (Cózar et al., 2014), что позволяет получать более точные данные в ветреную погоду. Пробоотбору как поверхностных, так и подповерхностных вод может серьезно помешать массовое развитие планктона. В этом случае одну пробу можно составить из нескольких проб для того, чтобы проба являлась представительной (Huppertsberg & Knepper, 2020; Karlsson et al., 2020), а достаточный объем воды был профильтрован.

Также важно учитывать и другие, например, океанографические и гидрохимические параметры воды. Отбор проб через водозаборную систему воды на исследовательских судах (например, системой Ferrybox) позволяет собирать большой объем метаданных для характеристики водной толщи (температура воды, соленость и др.). Кроме того, многие исследовательские суда уже участвуют в сборе долгосрочных наборов данных, таких, как биогенные вещества, поэтому микропластик можно было бы добавить к этим текущим программам мониторинга.

Заключение

Представленный сравнительный обзор существующих методов пробоотбора и лабораторного анализа проб природных вод основан на многолетних натуральных исследованиях авторов, а также последних международных рекомендациях и, таким образом, может служить основой для дальнейшей гармонизации методик исследования микропластика в природной среде в Российской Федерации. Особое внимание уделено контролю качества (контролю загрязнения) и обеспечению качества анализа в лаборатории, что в настоящий момент крайне редко учитывается в российской литературе. Обобщенные рекомендации представлены в Приложении Б.

Использование разных методов отбора и анализа микропластика приводит к серьезной проблеме сопоставления полученных количественных оценок. Использование нейстонных сетей позволяет учитывать микропластик в поверхностной пленке воды, то есть микропластик, плавающий по поверхности воды. Учет частиц меньшего размерного диапазона (менее 300 мкм) важен для понимания вовлечения частиц в пелагические пищевые сети, что подчеркивает необходимость использования также фильтровальных систем. Таким образом, два метода взаимодополняют, а не взаимоисключают друг друга, и рекомендованы для параллельного использования. Для сравнимости полученных в ходе таких отборов результатов необходимо следовать соответствующим рекомендациям по представлению результатов. Также рекомендуется проведение межлабораторных сличительных испытаний для сравнимости результатов российских лабораторий и гармонизации методов. Все это позволит получать согласованные оценки концентраций микропластика в природных водах, исследовать пространственную и временную изменчивость и приблизиться к пониманию цикла микропластика в природных водах.

Благодарности. Работа частично была выполнена в ходе международных российско-норвежских проектов ИО РАН–NIVA (2019–2022 гг.) SSG “Harmonisation of methods of marine microplastic assessment in the Arctic (HAMPSTER)” и KLD RUS-19/0001 “Establish regional capacity to measure and model the distribution and input of microplastics to the Barents Sea from rivers and currents (ESCIMO)”, “Model-based mapping of marine litter and microplastic in the Barents Sea (MAMBA)”. Исследование химического состава частиц микропластика лаборатории ПластикЛаб проводится в ресурсном центре «Оптические и лазерные методы исследования вещества» Научного парка Санкт-Петербургского государственного университета.

Список литературы

1. *Ершова А. А., Иванова Е. В., Тихонова Д. А., Макеева И. Н.* Методические особенности выделения частиц микропластика из проб грунта водных объектов // Гидрометеорология и экология. 2024. Вып. 2 [В печати].
2. *Ершова А. А., Татаренко Ю. А.* Пробоотборник для определения содержания микропластика в морской воде (HydroPuMP). Патент на полезную модель 206110 U1, 24.08.2021. Заявка № 2020144043 от 28.12.2020.

3. *Ершова А. А., Еремина Т. Р., Дунаев А. Л., Макеева И. Н., Татаренко Ю. А.* Исследование загрязнения микропластиком морей российской Арктики и Дальнего Востока // *Арктика: экология и экономика*. 2021. Т. 11. № 2. С. 164–177. <https://doi.org/10.25283/2223-4594-2021-2-164-177>.
4. *Жданов И. А.* Оценка распределения и изменчивости поверхностного микропластика в Евразийской Арктике на основе унифицированных методов: Дис. канд. географических наук: 01.06.17. М.: ИО РАН, 2023. 118 с.
5. *Зобков М. Б., Есюкова Е. Е.* Микропластик в морской среде: обзор методов отбора, подготовки и анализа проб воды, донных отложений и береговых наносов // *Океанология*. 2018. Т. 1. С. 149–157. <https://doi.org/10.7868/S0030157418010148>.
6. *Чубаренко И. П., Есюкова Е. Е., Хатмуллина Л. И., Лобчук О. И., Исаченко И. А., Буканова Т. В.* Микропластик в морской среде. М.: Научный мир, 2021. 520 с.
7. *Alling V.* Monitoring of microplastics in the Norwegian environment (MIKRONOR). Report No. 7922–2023. Norway: Norwegian Institute for Water Research and the Norwegian Environment Agency. 2023. 130 p.
8. *AMAP.* Marine Litter and Microplastics Monitoring Plan. Arctic Monitoring and Assessment Programme (AMAP). Tromsø, Norway, 2021a. 23 p.
9. *AMAP.* AMAP Marine Litter and Microplastics Monitoring Guidelines. Version 1.0. Arctic Monitoring and Assessment Programme (AMAP). Tromsø, Norway, 2021b. 226 p.
10. *Bagaev A., Mizyuk A., Khatmullina L., Isachenko I., Chubarenko I.* Anthropogenic fibres in the Baltic Sea water column: Field data, laboratory and numerical testing of their motion // *Sci. Total Environ.* 2017. No. 599–600. P. 560–571. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.04.185>.
11. *Berezina A., Pakhomova S., Zhdanov I., Mekhova O., Polivanova T., Novikov M., Pogojeva M., Osadchiv A., Stepanova N., Yakushev E.* Surface microplastics in the Kara Sea: from the Kara Gate to the 83°N // *Front. Mar. Sci.* 2023. No. 10: 1268879. <https://doi.org/10.3389/fmars.2023.1268879>.
12. *Berezina A., Yakushev E., Savchuk O., Vogelsang C., Staalstrom A.* Modelling the Influence from Biota and Organic Matter on the Transport Dynamics of Microplastics in the Water Column and Bottom Sediments in the Oslo Fjord // *Water*. 2021. Vol. 13. No. 19: 2690. <https://doi.org/10.3390/w13192690>.
13. *Bergmann M., Wirzberger V., Krumpfen T., Lorenz C., Primpke S., Tekman M. B., Gerdts G.* High Quantities of Microplastic in Arctic Deep-Sea Sediments from the HAUSGARTEN Observatory // *Environ. Sci. Technol.* 2017. Vol. 51. No. 19: 11000–11010. <https://doi.org/10.1021/acs.est.7b03331>.
14. *Bergmann M., Mützel S., Primpke S., Tekman M. B., Trachsel J., Gerdts G.* White and wonderful? Microplastics prevail in snow from the Alps to the Arctic // *Sci. Adv.* 2019. Vol. 5. No. 8. P. 16–18. <https://doi.org/10.1126/sciadv.aax1157>.
15. *Brander S. M., Renick V. C., Foley M. M., Steele C., Woo M., Lusher A., Carr S., Helm P, Box C., Cherniak S., Andrews R. C., Rochman C. M.* Sampling and Quality Assurance and Quality Control: A Guide for Scientists Investigating the Occurrence of Microplastics Across Matrices // *Appl. Spectrosc.* 2020. Vol. 74. No. 9: 1099–1125. <https://doi.org/10.1177/0003702820945713>.
16. *Brumovský M., Bečanová J., Kohoutek J., Thomas H., Petersen W., Sørensen K., Sánka O., Nizzetto L.* Exploring the occurrence and distribution of contaminants of emerging concern through unmanned sampling from ships of opportunity in the North Sea // *J. Mar. Syst.* 2016. Vol. 162. P. 47–56. <https://doi.org/10.1016/j.jmarsys.2016.03.004>.
17. *Cadiou J.-F., Gerigny O., Koren Š., Zeri C., Kaberi H., Alomar C., Panti M., Fossi C., Adamopoulou A., Digka N., Deudero S., Concato M., Carbonell A., Bainsi M., Galli M., Galgani F.* Lessons learned from an intercalibration exercise on the quantification and characterisation of microplastic particles in sediment and water samples // *Mar. Pollut. Bull.* 2020. Vol. 154: 111097. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111097>.
18. *Cai L., Wang J., Peng J., Wu Z., Tan X.* Observation of the degradation of three types of plastic

- pellets exposed to UV irradiation in three different environments // *Sci. Total Environ.* 2018. Vol. 628–629: 740–747. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.02.079>.
19. *Cole M., Lindeque P., Fileman E., Halsband C., Goodhead R., Moger J., Galloway T. S.* Microplastic Ingestion by Zooplankton // *Environ. Sci. Technol.* 2013. Vol. 47. No. 12. P. 6646–6655. <https://doi.org/10.1021/es400663f>.
 20. *Cózar A., Echevarría F., González-Gordillo J. I., Irigoien X., Úbeda B., Hernández-León S., Palma Á. T., Navarro S., García-de-Lomas J., Ruiz A., Fernández-de-Puelles M. L., Duarte C. M.* Plastic debris in the open ocean // *Proc Natl Acad Sci.* 2014. Vol. 111. No. 28: 10239–10244. <https://doi.org/10.1073/pnas.1314705111>.
 21. *Crawford C. B., Quinn B.* Microplastic pollutants. Amsterdam: Elsevier, 2017. 315 p.
 22. *Emberson-Marl H., Coppock R. L., Cole M., Godley B. J., Mimpriess N., Nelms S. E., Lindeque P. K.* Microplastics in the Arctic: a transect through the Barents Sea // *Front. Mar. Sci.* 2023. Vol. 10: 1241829. <https://doi.org/10.3389/fmars.2023.1241829>.
 23. *Ershova A. A., Frank Yu. A.* Separation and purification of microplastics from environmental samples // *Analysis of Microplastics and Nanoplastics*. Editors Huahong Shi, Chengjun Sun. Springer, 2024. ISBN: 9780443157790 [In press].
 24. *Frank Yu., Ershova A., Batasheva S., Vorobiev E., Rakhmatullina S., Vorobiev D., Fakhrullin R.* Microplastics in Freshwater: A Focus on the Russian Inland Waters // *Water.* 2022. Vol. 14. No. 23: 3909. <https://doi.org/10.3390/w14233909>.
 25. *Frank Yu., Vorobiev D., Mandal A., Lemeshko Y., Rakhmatullina S., Darbha G. K.* Freshwater Fish Siberian Dace Ingest Microplastics in the Remote Yenisei Tributary // *Toxics.* 2022. Vol. 11. No. 1. P. 38. <https://doi.org/10.3390/toxics11010038>.
 26. *Galgani F., Hanke G., Werner S., Oosterbaan L., Nilsson P., Fleet D., Kinsey S., Thompson R. C., Van Franeker J., Vlachogianni T., Scoullou M., Veiga J., Palatinus A., Matiddi M., Maes T., Korpinen S., Budziak A., Leslie H., Gago J.* Guidance on Monitoring of Marine Litter in European Seas. *Eur Comm Jt Res Cent MSFD Tech Subgr Mar Litter TG ML.* 2013. EUR. 26113. <https://doi.org/10.2788/99475>.
 27. *GESAMP Guidelines for the monitoring and assessment of plastic litter in the ocean* (Kershaw P. J., Turra A. and Galgani F. editors), (IMO/FAO/UNESCO-IOC/UNIDO/WMO/IAEA/UN/UNEP/UNDP/ISA Joint Group of Experts on the Scientific Aspects of Marine Environmental Prote. Rep. Stud. GESAMP. 2019. No. 99. 130 p.
 28. HELCOM BLUES Microlitter Group. Draft guidelines on monitoring of microlitter in seabed sediments in the Baltic Sea. Document 2. 2022. <https://portal.helcom.fi/meetings/HELCOM%20BLUES%20WS%203.2-2022-999/MeetingDocuments/Forms/AllItems.aspx> (дата обращения: 1.11.2023).
 29. *Hidalgo-Ruz V., Gutow L., Thompson R. C., Thiel M.* Microplastics in the marine environment: A review of the methods used for identification and quantification // *Environ Sci Technol.* 2012. Vol. 46. No. 6: 3060–3075. <https://doi.org/10.1021/es2031505>.
 30. *Huppertsberg S., Knepper T. P.* Validation of an FT-IR microscopy method for the determination of microplastic particles in surface waters // *MethodsX.* 2020. Vol. 7: 100874. <https://doi.org/10.1016/j.mex.2020.100874>.
 31. ISO/FDIS 24187:2023 “Principles for the analysis of microplastics present in the environment”. <https://www.iso.org/standard/78033.html> (дата обращения: 1.03.2024).
 32. *Kanhai L. D. K., Gårdfeldt K., Lyashevskaya O., Hassellöv M., Thompson R. C., O'Connor I.* Microplastics in sub-surface waters of the Arctic Central Basin // *Mar. Pollut. Bull.* 2018. Vol. 130. P. 8–18. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.03.011>.
 33. *Karlsson T. M., Kärrman A., Rotander A., Hassellöv M.* Comparison between manta trawl and in situ pump filtration methods, and guidance for visual identification of microplastics in surface waters // *Environ. Sci. Pollut. Res.* 2020. Vol. 27. No. 5: 5559–5571. <https://doi.org/10.1007/s11356-019-07274-5>.
 34. *Kögel T., Hamilton B. M., Granberg M. E., Provencher J., Hammer S., Gomiero A., Magnusson K., Lusher A. L.* Current efforts on microplastic monitoring in Arctic fish and how to

- proceed // *Arct. Sci. NRC Research Press*. 2023. Vol. 9. No. 2: 266–283. <https://doi.org/10.1139/as-2021-0057>.
35. Kotar S., McNeish R., Murphy-Hagan C., Renick V., Lee C.-F. T., Steele C., Lusher A., Moore C., Minor E., Schroeder J., Helm P., Rickabaugh K., Frond H. De, Gesulga K., Lao W., Munno K., Thornton L. M., Hampton S. B., Weisberg C. S., Wong G., Amarpuri R. C., Andrews S. M., Barnett S., Christiansen W., Cowger K., Crampond F., Du A. B., Gray J., Hankett K., Ho J., Jaeger C., Lilley L., Mai O., Mina E., Lee S., Primpke S., Singh J., Skovly T., Slifko S., Sukumaran B., Van Bavel J., Van Brocklin F., Vollnhals C. Wu, Rochman C. M. Quantitative assessment of visual microscopy as a tool for microplastic research: Recommendations for improving methods and reporting // *Chemosphere*. 2022. Vol. 308: 136449. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.136449>.
 36. Kukulka T., Proskurowski G., Morét-Ferguson S., Meyer D. W., Law K. L. The effect of wind mixing on the vertical distribution of buoyant plastic debris: wind effects on plastic marine debris // *Geophys. Res. Lett.* 2012. Vol. 39. No. 7. P. 1–6. <https://doi.org/10.1029/2012GL051116>.
 37. Lachenmeier D. W., Kocareva J., Noack D., Kuballa T. Microplastic Identification In German Beer An Artefact Of Laboratory Contamination? // *ZENODO*. 2015. Vol. 111. No. 10. P. 437–440. <https://doi.org/10.5281/ZENODO.1250715>
 38. Li J., Liu H., Paul Chen J. Microplastics in freshwater systems: A review on occurrence, environmental effects, and methods for microplastics detection // *Water Res.* 2018. Vol. 137. P. 362–374. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.12.056>.
 39. Lindeque P. K., Cole M., Coppock R. L., Lewis C. N., Miller R. Z., Watts A. J., Wilson-McNeal R. A., Wright S. L., Galloway T. S. Are we underestimating microplastic abundance in the marine environment? A comparison of microplastic capture with nets of different mesh-size // *Environ. Pollut.* 2020. Vol. 265: 114721. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.114721>.
 40. Lusher A. L., Bråte I. L. N., Munno K., Hurley R. R., Welden N. A. Is It or Isn't It: The Importance of Visual Classification in Microplastic Characterization. *Applied Spectroscopy*. 2020. Vol. 74: 1139–1153. <https://doi.org/10.1177/0003702820930733>.
 41. Lusher A. L., Munno K., Hermabessiere L., Carr S. Isolation and Extraction of Microplastics from Environmental Samples: An Evaluation of Practical Approaches and Recommendations for Further Harmonization // *Appl. Spectrosc.* 2020. Vol. 74. No. 9: 1049–1065. <https://doi.org/10.1177/0003702820938993>.
 42. Lusher A. L., Primpke S. Finding the Balance between Research and Monitoring: When Are Methods Good Enough to Understand Plastic Pollution? // *Environ. Sci. Technol.* 2023. Vol. 57. No. 15: 6033–6039. <https://doi.org/10.1021/acs.est.2c06018>.
 43. Lusher A. L., Tirelli V., O'Connor I., Officer R. Microplastics in Arctic polar waters: the first reported values of particles in surface and sub-surface samples // *Sci. Rep.* 2015. Vol. 5. No. 1: 14947. <https://doi.org/10.1038/srep14947>.
 44. Martínez-Francés E., Van Bavel B., Hurley R., Nizzetto L., Pakhomova S., Buenaventura N. T. C., Singdahl-Larsen M.-L., Magni T., Johansen J. E., Lusher A. Innovative reference materials for method validation in microplastic analysis including interlaboratory comparison exercises // *Anal. Bioanal. Chem.* 2023. Vol. 415. No. 15: 2907–2919. <https://doi.org/10.1007/s00216-023-04636-4>.
 45. Michida Y., Chavanich S., Chib S., Cordova M., Cózar R., Galgani C. A., Hagmann F. P., Hinata H., Isobe A., Kershaw P., Kozlovskii N., Li D., Lusher A. L., Marti E., Mason S. A., Mu J. L., Saito H., Shim W. J., Syakti A. D., Takada H., Thompson R., Tokai T., Uchida K., Wang J. Guidelines for Harmonizing Ocean Surface Microplastic. *Guidel Harmon Ocean Surf Microplastic Monit Methods*. 2019. 71 p.
 46. Monteiro S. S., Pinto Da Costa J. Methods for the extraction of microplastics in complex solid, water and biota samples // *Trends Environ. Anal. Chem.* 2022. Vol. 33. P. 3–13. <https://doi.org/10.1016/j.teac.2021.e00151>.
 47. Morgana S., Ghigliotti L., Estévez-Calvar N., Stifanese R., Wieckzorek A., Doyle T. J., Christiansen S., Faimali M., Garaventa F. Microplastics in the Arctic: A case study with

- sub-surface water and fish samples off Northeast Greenland // *Environ. Pollut.* 2018. Vol. 242: 1078–1086. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.08.001>.
48. *Van Mourik L. M., Crum S., Martinez-Frances E., van Bavel B., Leslie H. A., de Boer J., Cofino W. P.* Results of WEPAL-QUASIMEME/NORMANs first global interlaboratory study on microplastics reveal urgent need for harmonization // *Sci. Total Environ.* 2021. Vol. 772: 145071. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.145071>.
49. *Pakhomova S., Berezina A., Lusher A. L., Zhdanov I., Silvestrova K., Zavialov P., Van Bavel B., Yakushev E.* Microplastic variability in subsurface water from the Arctic to Antarctica // *Environ Pollut.* 2022. Vol. 298: 118808. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2022.118808>.
50. *Pakhomova S., Zhdanov I., Van Bavel B.* Polymer Type Identification of Marine Plastic Litter Using a Miniature Near-Infrared Spectrometer (MicroNIR) // *Appl. Sci.* 2020. Vol. 10. No. 23: 8707. <https://doi.org/10.3390/app10238707>.
51. *Pakhomova S., Berezina A., Zhdanov I., Mekhova O., Ilinskaya A., Golyakov A., Polivanova T., Gebruk A., Lusher A., Yakushev E.* Floating microplastics in Svalbard fjords: high spatial variability requires methodological consistency in estuarine systems // *Marine Pollution Bulletin.* 2024 [In press].
52. *Prata J. C., Reis V., Da Costa J. P., Mouneyrac C., Duarte A. C., Rocha-Santos T.* Contamination issues as a challenge in quality control and quality assurance in microplastics analytics // *J. Hazard Mater.* 2021. Vol. 403: 123660. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.123660>.
53. *Prata J. C., Da Costa J. P., Duarte A. C., Rocha-Santos T.* Methods for sampling and detection of microplastics in water and sediment: A critical review // *TrAC. Trends Anal. Chem.* 2019. Vol. 110. P. 150–159. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2018.10.029>.
54. *Primpke S., Christiansen S. H., Cowger W., De Frond H., Deshpande A., Fischer M., Holland E. B., Meyns M., O'Donnell B. A., Ossmann B. E., Pittroff M., Sarau G., Scholz-Böttcher B. M., Wiggan K. J.* Critical Assessment of Analytical Methods for the Harmonized and Cost-Efficient Analysis of Microplastics // *Applied Spectroscopy.* Vol. 74: 1012–1047. <https://doi.org/10.1177/0003702820921465.2020>.
55. *Primpke S., Wirth M., Lorenz C., Gerdt G.* Reference database design for the automated analysis of microplastic samples based on Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy // *Anal. Bioanal. Chem.* 2018. Vol. 410. No. 21: 5131–5141. <https://doi.org/10.1007/s00216-018-1156-x>.
56. *Provencher J. F., Covernton G. A., Moore R. C., Horn D. A., Conkle J. L., Lusher A. L.* Proceed with caution: The need to raise the publication bar for microplastics research // *Sci. Total Environ.* 2020. Vol. 748: 141426. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.141426>.
57. *Razeghi N., Hamidian A. H., Wu C., Zhang Y., Yang M.* Microplastic sampling techniques in freshwaters and sediments: a review // *Environ. Chem. Lett.* 2021. Vol. 19. No. 6: 4225–4252. <https://doi.org/10.1007/s10311-021-01227-6>.
58. *Rist S., Vianello A., Winding M. H. S., Nielsen T. G., Almeda R., Torres R. R., Vollertsen J.* Quantification of plankton-sized microplastics in a productive coastal Arctic marine ecosystem // *Environ. Pollut.* 2020. Vol. 266: 115248. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.115248>.
59. *Schymanski D., Oßmann B. E., Benismail N., Boukerma K., Dallmann G., von der Esch E., Fischer D., Fischer F., Gilliland D., Glas K., Hofmann T., Käßler A., Lacorte S., Marco J., Rakwe M. E., Weisser J., Witzig C., Zumbülte N., Ivleva N. P.* Analysis of microplastics in drinking water and other clean water samples with micro-Raman and micro-infrared spectroscopy: minimum requirements and best practice guidelines // *Anal. Bioanal. Chem.* 2021. Vol. 413. No. 24: 5969–5994. <https://doi.org/10.1007/s00216-021-03498-y>.
60. *Setälä O., Magnusson K., Lehtiniemi M., Norén F.* Distribution and abundance of surface water microlitter in the Baltic Sea: A comparison of two sampling methods // *Mar. Pollut. Bull.* 2016. Vol. 110. No. 1. P. 177–183. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.06.065>.
61. *Shim W. J., Hong S. H., Eo S. E.* Identification methods in microplastic analysis: a review // *Anal. Methods.* 2017. Vol. 9. No. 9: 1384–1391. <https://doi.org/10.1039/C6AY02558G>.

62. *Silvestrova K., Stepanova N.* The distribution of microplastics in the surface layer of the Atlantic Ocean from the subtropics to the equator according to visual analysis // *Mar. Pollut. Bull.* 2021. Vol. 162: 111836. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111836>.
63. *Simon M., van Alst N., Vollertsen J.* Quantification of microplastic mass and removal rates at wastewater treatment plants applying Focal Plane Array (FPA)-based Fourier Transform Infrared (FT-IR) imaging // *Water Res.* 2018. Vol. 142. P. 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2018.05.019>.
64. *Stock F., Kochleus C., Bänsch-Baltruschat B., Brennholt N., Reifferscheid G.* Sampling techniques and preparation methods for microplastic analyses in the aquatic environment A review // *TrAC Trends Anal. Chem.* 2019. Vol. 113. P. 84–92. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2019.01.014>.
65. *Stock F., Reifferscheid G., Brennholt N., Kostianaia E.* Pitfalls and Limitations in Microplastic Analyses // *Plastics in the Aquatic Environment – Part I. The Handbook of Environmental Chemistry.* 2022. Vol. 111. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/698_2020_654.
66. STOTEN's minimum requirements for measurement of plastics in environmental samples // *Sci. Total Environ.* 2024. Vol. 912: 168465. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.168465>.
67. *Tekman M. B., Wekerle C., Lorenz C., Primpke S., Hasemann C., Gerdt G., Bergmann M.* Tying up Loose Ends of Microplastic Pollution in the Arctic: Distribution from the Sea Surface through the Water Column to Deep-Sea Sediments at the HAUSGARTEN Observatory // *Environ Sci. Technol.* 2020. Vol. 54. No. 7: 4079–4090. <https://doi.org/10.1021/acs.est.9b06981>.
68. *Thornton Hampton L. M., De Frond H., Gesulga K., Kotar S., Lao W., Matuch C., Weisberg S. B., Wong C. S., Brander S., Christansen S., Cook C. R., Du F., Ghosal S., Gray A. B., Hankett J., Helm P. A., Ho K. T., Kefela T., Lattin G., Lusher A., Mai L., McNeish R. E., Mina O., Minor E. C., Primpke S., Rickabaugh K., Renick V. C., Singh S., Van Bavel B., Vollnhals F., Rochman C. M.* The influence of complex matrices on method performance in extracting and monitoring for microplastics // *Chemosphere.* 2023. Vol. 334: 138875. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2023.138875>.
69. *Torre M., Digka N., Anastasopoulou A., Tsangaris C., Mytilineou C.* Anthropogenic microfibrils pollution in marine biota. A new and simple methodology to minimize airborne contamination // *Mar. Pollut. Bull.* 2016. Vol. 113. No. 1–2. P. 55–61. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.07.050>.
70. *Vroom R. J. E., Koelmans A. A., Besseling E., Halsband C.* Aging of microplastics promotes their ingestion by marine zooplankton // *Environ. Pollut.* 2017. Vol. 231: 987–996. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2017.08.088>.
71. *Way C., Hudson M. D., Williams I. D., Langley G. J.* Evidence of underestimation in microplastic research: A meta-analysis of recovery rate studies // *Sci. Total Environ.* 2022. Vol. 805: 150227. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.150227>.
72. *Yakushev E., Gebruk A., Osadchiv A., Pakhomova S., Lusher A., Berezina A., van Bavel B., Vorozheikina E., Chernykh D., Kolbasova G., Razgon I., Semiletov I.* Microplastics distribution in the Eurasian Arctic is affected by Atlantic waters and Siberian rivers // *Commun. Earth. Environ.* 2021. Vol. 2. No. 1. P. 1–11. <https://doi.org/10.1038/s43247-021-00091-0>.
73. Zeng Y. (ed.) *Microplastic contamination in aquatic environments. An Emerging Matter of Environmental Urgency.* Second ed. Ed. by Eddy Y. Zeng. 448 p. ISBN 978-0-443-15332-7. <https://doi.org/10.1016/C2022-0-00176-8>
74. *Zhdanov I., Pakhomova S., Berezina A., Silvestrova K., Stepanova N., Yakushev E.* Differences in the Fate of Surface and Subsurface Microplastics: A Case Study in the Central Atlantic // *J. Mar. Sci. Eng.* 2023. Vol. 11 (1): 210 <https://doi.org/10.3390/jmse11010210>.

Статья поступила в редакцию 10.03.2024, одобрена к печати 25.04.2024.

Для цитирования: Пахомова С. В., Ершова А. А., Жданов И. А., Якушев Е. В. Методы исследования загрязнения микропластиком природных вод: современное состояние и рекомендации // *Океанологические исследования.* 2024. № 52 (1). С. 80–120. [https://doi.org/10.29006/1564-2291.JOR-2024.52\(1\).5](https://doi.org/10.29006/1564-2291.JOR-2024.52(1).5).

Приложение А

Табл. 1 – Классы полимеров, рекомендуемые для использования в отчетах об исследованиях микропластика (АМАР, 2021)

Класс полимеров	Примеры материалов	Название на английском языке
Полиэтилен	ПЭВП (ПЭНД), ПЭНП (ПЭВД), сополимеры ПЭ, где ПЭ – главный компонент	Polyethylene based; PE, HDPE, LDPE
Полипропилен	ПП и сополимеры ПП, где ПП – главный компонент	Polypropylene based; PP
Полистирол	Вспененный полистирол, сополимеры ПС, где ПС – главный компонент	Polystyrene based; PS, EPS
Полиэстер/полиэферы	ПЭТ, другие типы полиэфиров, волокна полиэстера	Polyester; PET, PES
Полихлорированные полимеры	ПВХ, хлорированный ПЭ и другие	Polychlorinated polymers; PVC, chlorinated PE
Полиамид	Все типы ПА, включая Нейлон	Polyamide based; PA
Полиуретан	Все типы ПУ	Polyurethane based; PUR
АБС-пластики	АБС	ABS
Поликарбонат	ПК	Polycarbonate; PC
Полиакрилонитрил	Включая акриловые волокна	Polyacrylonitrile; PAN, Acryl
Полиметилловый эфир акриловой кислоты		Polymethyl(ester)acrylate based; PMA
Частицы красителя, лака	если не акриловые	Paint/varnish particles
Полифторированные полимеры	Фторированные, включая политетрафторэтилен (ПТФЭ/фторопласт/тефлон)	Polyfluorinated polymers; PTFE/Teflon
Этиленвинилацетат		Ethylene-vinyl acetate
Каучуки, герметики	Каучуки, например, этиленпропиленовый	Rubbers, sealing; EPDM
Автомобильные каучуки		Rubbers, automotive; TWP
Нитриловые каучуки		Nitrile rubbers
Производные натурального каучука		Natural rubber derivatives
Силиконовые резины и покрытия		Silicon
Другие резины и каучуки		Other rubbers
Ацетат целлюлозы и аналоги	Производные целлюлозы, включая вискозу, целлофан	Cellulose acetate, viscose
Другие полимеры	например, ПЭЭК	Other plastics, e.g., PEEK
Другие антропогенные материалы	Непластиковые частицы, например, хлопок	Other microlitter materials

Табл. 2 – Цветовые классы микропластика, используемые в базе данных EMODnet (<https://www.emodnet-bathymetry.eu/>)

Черный/серый	Коричневый	Оранжевый/розовый/красный	Прозрачный
Синий/зеленый	Желтый	Белый/кремовый	Разноцветный

Приложение Б

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОТБОРУ ПРОБ И АНАЛИЗУ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МИКРОПЛАСТИКА В ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ

1. Отбор проб воды поверхностного слоя водных объектов.

На сегодняшний день существует два метода отбора проб для детекции микропластика в водных объектах: нейстонные сети и проточные фильтрующие устройства, в том числе со сменными фильтрами. При проведении мониторинговых исследований, связанных с оценкой уровня загрязнения частицами микропластика в воде, необходимо обратить внимание на представительность объема отбираемых проб, так как учет частиц в пробах небольшого объема связан с риском значительного завышения концентрации микропластика. Недопустимо использовать для отбора проб воды поверхностных водных объектов стандартные пробоотборные устройства малой емкости (батометры/ведра), т. к. они не позволяют отобрать пробы достаточного объема и увеличивают риск загрязнения.

При отборе вод фильтрующими устройствами на открытых участках поверхностных водных объектов в полярных регионах и средних широтах рекомендуется отбор не менее 1 м³ воды, при отборе нейстонными сетями – не менее 100 м³ воды. При этом для арктических вод, олиготрофных и мезотрофных озер и речных систем 15 минут можно считать оптимальным временем для отбора проб нейстонными сетями. Однако, в случае массового развития планктона, вследствие высокой продуктивности, повышенного содержания органических частиц и т. п., параметры отбора проб (время траления сетями, объем отфильтрованной воды, прочее) целесообразно варьировать, исходя из условий и ожидаемой концентрации частиц.

Во всех вышеуказанных случаях следует проводить отбор воды поверхностных водных объектов в трех параллельных повторностях в каждой точке для возможности учета влияния случайных факторов и последующей статистической обработки результатов.

Необходимо также фиксировать метеорологические (скорость и направление ветра, температура воздуха и пр.) и гидрофизические (волнение, температура, соленость и пр.) характеристики во время отбора проб, позволяющие оценить состояние перемешивания поверхностного слоя и тип водной массы.

2. Контроль загрязнения проб в процессе отбора и обработки.

Обязателен контроль загрязнения микропластиковыми частицами на каждом этапе работы при исследованиях микропластика.

Пробоотбор. Все устройства для отбора проб должны быть тщательно вымыты перед использованием, т. е. промыты большими объемами фильтрованной или сверхчистой воды. Все потенциальные источники загрязнения, включая одежду, которую носят при пробоотборе, и любой пластик, используемый на судне, включая краску, должны быть приняты во внимание. Для всех видов пробоотбора всегда должны быть отобраны холостые пробы. Для контроля загрязнения из воздуха рекомендуется установка чашек Петри со смоченными профильтрованной водой GF/A фильтрами/фильтровальной бумагой в течение всего времени работы с пробой. Для получения холостой пробы в процессе пробоотбора рекомендуется проводить контрольный смыв с нейстонной сети/фильтров.

Пробоподготовка и лабораторный анализ. Пробоподготовку и лабораторный анализ необходимо проводить в условиях чистой лаборатории (“clean lab”), что означает строгое ограничение количества человек в лаборатории, ношение несинтетической одежды (х/б халаты и х/б одежда под халатом), обязательно использование липкого ролика для очистки одежды перед каждым входом в лабораторию в рабочую зону. Должна использоваться стеклянная

посуда, должно контролироваться нахождение пробы в открытом виде, и где возможно, пробы/образцы должны всегда накрываться стеклянными крышками/стеклами или алюминиевой фольгой. По возможности все работы с открытыми пробами должны вестись в ламинарных шкафах, а в помещении должна проводиться очистка воздуха с помощью устройств с HEPA фильтрами. Все используемые химические растворы должны быть профильтрованы, вся используемая посуда тщательно промыта профильтрованной водой. При пробороготовке также обязателен контроль загрязнения частицами микропластика (загрязнение из воздуха и холостые пробы). Материал всех пластиковых частей используемого оборудования должен быть принят во внимание и исключаться из результатов.

3. Контроль правильности анализа.

Для контроля правильности методов анализа микропластика рекомендуется проводить анализ стандартных образцов микропластика и проверку степени извлечения микропластика (“recovery tests”). Контроль должен проводиться для каждого проекта/используемого метода и для каждой исследуемой матрицы (вода, донные отложения, осадки, почвы, биота и т. д.). Всем лабораториям рекомендуется участие в межлабораторных сличительных экспериментах (интеркалибрация).

4. Идентификация частиц.

Идентификация полимерного состава всех найденных частиц для подтверждения их принадлежности к синтетическим полимерным материалам является обязательной.

5. Представление результатов.

Для возможности сравнения результатов при использовании разных методов исследования микропластика рекомендуется при представлении результатов давать подробную информацию о деталях исследования, включая как описание метода пробоотбора с обязательным указанием нижней границы исследуемого размерного диапазона и дополнительных данных условий пробоотбора (направление и сила ветра, скорость течения, объем профильтрованной воды и т. д.), так и процесса пробоподготовки, анализа и используемых методов контроля загрязнения и качества анализа, пересчет концентраций с учетом загрязнения. Желательно предоставлять в приложении детальную информацию по характеристикам каждой частицы (размер, морфология, тип полимера).

- Результаты должны быть выражены в разных единицах, где это возможно (число частиц и их масса на объем и на площадь: шт/км², шт/м³, мг/км², мг/м³).
- Концентрация волокон должна быть дополнительно представлена отдельно, где возможно, отдельно для пластиковых волокон и всех найденных волокон.
- Результаты должны быть дополнительно выражены в четырех размерных категориях, где это возможно: < 100 мкм, 100–300 мкм, 300 мкм–1 мм и 1–5 мм.

**METHODS FOR STUDYING MICROPLASTIC
POLLUTION IN NATURAL WATERS:
CURRENT STATE AND RECOMMENDATIONS**

S. V. Pakhomova^{1*,2}, A. A. Ershova³, I. A. Zdanov², E. V. Yakushev^{1*,2}

¹ *Norwegian Institute for Water Research,
94, Økernveien, Oslo, 0579, Norway, email: svp@niva.no;*
² *Shirshov Institute of Oceanology, Russian Academy of Science,
36, Nakhimovskiy prospekt, Moscow, 117997, Russia,
e-mail: zhdanovaeroplast@gmail.com;*

³ *Laboratory PlasticLab, Russian State Hydrometeorological University,
79, ul. Voronezhskaya, Saint-Petersburg, 192007, Russia,
e-mail: ershova@rshu.ru*

** Current place of work*

Assessing contamination of natural waters with microplastic particles includes several methodological stages – sampling, particle extraction, chemical identification and quantification. Currently, different research groups use different methods based on capabilities, available equipment and research objectives, which leads to erroneous estimates and inability to compare data. The article discusses modern approaches for correctly determining the content of microplastics in natural waters in the context of harmonization of methods for studying microplastics and subsequent standardization of monitoring methods. Quality assurance and quality control (QA/QC) issues are addressed separately, and specific QA/QC steps are presented for sampling and sample processing procedures, taking into account the small size of microplastics and the high risk of external contamination. The article also details what data must be presented in scientific articles and reports, thereby providing a basis for comparing the results of different scientific groups and creating a global database. The article also provides methodological recommendations for sampling and sample analysis to assess the level of microplastic pollution in surface waters.

Keywords: microplastics, natural waters, sampling, sample processing, identification methods, particle extraction, quality control, methods harmonization

Acknowledgements: This work was partly performed during Russian-Norwegian collaboration projects SIO RAS – NIVA (2019–2022): SSG “Harmonisation of methods of marine microplastic assessment in the Arctic (HAMPSTER)” and the Norwegian Ministry of Climate and Environment projects RUS-19/0001 “Establish regional capacity to measure and model the distribution and input of microplastics to the Barents Sea from rivers and currents (ESCIMO)” and “Model-based mapping of marine litter and microplastic in the Barents Sea (MAMBA)”. The study of the chemical composition of microplastic particles in the PlasticLab laboratory is carried out at «Centre for Optical and Laser Materials Research» of the Research Park of St. Petersburg State University.

* Current place of work.

References

1. Alling, V., 2023: *Monitoring of microplastics in the Norwegian environment (MIKRONOR). 7922–2023*. Oslo, Norway, Norwegian Institute for Water Research and the Norwegian Environment Agency, 103 p.
2. AMAP, 2021a: AMAP Litter and Microplastics Monitoring Plan. Tromsø, Norway, Arctic Monitoring and Assessment Programme (AMAP), 23 p.
3. AMAP, 2021b: AMAP Litter and Microplastics Monitoring Guidelines. Version 1.0. Tromsø, Norway, Arctic Monitoring and Assessment Programme (AMAP), 266 p.
4. Bagaev, A., A. Mizyuk, L. Khatmullina, I. Isachenko, and I. Chubarenko, 2017: *Anthropogenic fibres in the Baltic Sea water column: Field data, laboratory and numerical testing of their motion. Science of The Total Environment*, 599–600, 560–571, <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.04.185>.
5. Berezina, A., E. Yakushev, O. Savchuk, C. Vogelsang, and A. Staalstrom, 2021: Modelling the Influence from Biota and Organic Matter on the Transport Dynamics of Microplastics in the Water Column and Bottom Sediments in the Oslo Fjord. *Water*, **13** (19), 2690, <https://doi.org/10.3390/w13192690>.
6. Berezina, A., S. Pakhomova, I. Zhdanov, O. Mekhova, T. Polivanova, M. Novikov, M. Pogojeva, A. Osadchiev, N. Stepanova, and E. Yakushev, 2023: Surface microplastics in the Kara Sea: from the Kara Gate to the 83°N. *Frontiers in Marine Science*, **10**, 1268879, <https://doi.org/10.3389/fmars.2023.1268879>.
7. Bergmann, M., V. Wirzberger, T. Krumpfen, C. Lorenz, S. Primpke, M. B. Tekman, and G. Gerdt, 2017: High Quantities of Microplastic in Arctic Deep-Sea Sediments from the HAUSGARTEN Observatory. *Environmental Science & Technology*, **51** (19), 11000–11010, <https://doi.org/10.1021/acs.est.7b03331>.
8. Bergmann, M., S. Mützel, S. Primpke, M. B. Tekman, J. Trachsel, and G. Gerdt, 2019: White and wonderful? Microplastics prevail in snow from the Alps to the Arctic. *Science Advances*, **5** (8), 16–18, <https://doi.org/10.1126/sciadv.aax1157>.
9. Brander, S. M., V. C. Renick, M. M. Foley, C. Steele, M. Woo, A. Lusher, S. Carr, P. Helm, C. Box, S. Cherniak, R. C. Andrews, and C. M. Rochman, 2020: Sampling and Quality Assurance and Quality Control: A Guide for Scientists Investigating the Occurrence of Microplastics Across Matrices. *Applied Spectroscopy*, **74** (9), 1099–1125, <https://doi.org/10.1177/0003702820945713>.
10. Brumovský, M., J. Bečanová, J. Kohoutek, H. Thomas, W. Petersen, K. Sørensen, O. Sánka, and L. Nizzetto, 2016: Exploring the occurrence and distribution of contaminants of emerging concern through unmanned sampling from ships of opportunity in the North Sea. *Journal of Marine Systems*, **162**, 47–56, <https://doi.org/10.1016/j.jmarsys.2016.03.004>.
11. Cadiou, J.-F., O. Gerigny, Š. Koren, C. Zeri, H. Kaberi, C. Alomar, C. Panti, M. C. Fossi, A. Adamopoulou, N. Digka, S. Deudero, M. Concato, A. Carbonell, M. Bainsi, M. Galli, and F. Galgani, 2020: Lessons learned from an intercalibration exercise on the quantification and characterisation of microplastic particles in sediment and water samples. *Marine Pollution Bulletin*, **154**, 111097, <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111097>.
12. Cai, L., J. Wang, J. Peng, Z. Wu, and X. Tan, 2018: Observation of the degradation of three types of plastic pellets exposed to UV irradiation in three different environments. *Science of The Total Environment*, 628–629, 740–747, <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.02.079>.
13. Chubarenko, I. P., E. E. Esyukova, L. I. Khatmullina, O. I. Lobchuk, I. A. Isachenko, T. V. Bukanova, 2021: *Mikroplastik v morskoy srede (Microplastics in the marine environment)*. Moscow, Nauchny mir, 520 p.

14. Cole, M., P. Lindeque, E. Fileman, C. Halsband, R. Goodhead, J. Moger, and T. S. Galloway, 2013: Microplastic Ingestion by Zooplankton. *Environmental Science & Technology*, **47** (12), 6646–6655, <https://doi.org/10.1021/es400663f>.
15. Cózar, A., F. Echevarría, J. I. González-Gordillo, X. Irigoien, B. Úbeda, S. Hernández-León, Á. T. Palma, S. Navarro, J. García-de-Lomas, A. Ruiz, M. L. Fernández-de-Puelles, and C. M. Duarte, 2014: Plastic debris in the open ocean. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, **111** (28), 10239–10244, <https://doi.org/10.1073/pnas.1314705111>.
16. Crawford, C. B. and B. Quinn, 2017: *Microplastic pollutants*. Amsterdam: Elsevier.
17. Emberson-Marl, H., R. L. Coppock, M. Cole, B. J. Godley, N. Mimpriss, S. E. Nelms, and P. K. Lindeque, 2023: Microplastics in the Arctic: a transect through the Barents Sea. *Frontiers in Marine Science*, **10**, 1241829, <https://doi.org/10.3389/fmars.2023.1241829>.
18. Ershova, A. A. and Y. A. Tatarenko, 2021: *Probootbornik dlya opredeleniya mikroplastika v morskoy vode (HydroPuMP) (Sampler for determining the content of microplastics in seawater (HydroPuMP))*. Utility model patent 206110 U1, 24.08.2021. Application № 2020144043 from 28.12.2020.
19. Ershova, A. A., T. R. Eremina, A. L. Dunayev, I. N. Makeeva, and Y. A. Tatarenko, 2021: Issledovanie zagryazneniya mikroplastikom morey rossiyskoy Arktiki i Dalnego Vostoka (Study of microplastic pollution in the seas of the Russian Arctic and the Far East). *Arktika: ekologiya i ekonomika (Arctic: Ecology and Economy)*, **11** (2), 164–177, <https://doi.org/10.25283/2223-4594-2021-2-164-177>.
20. Ershova, A. A. and Y. A. Frank, 2024: *Separation and purification of microplastics from the environmental samples*. Analysis of Microplastics and Nanoplastics. 1st Edition – September 1, 2024. Editors Huahong Shi, Chengjun Sun. Springer. ISBN: 9780443157790 [In press].
21. Ershova, A. A., E. V. Ivanova, D. A. Tikhonova, and I. N. Makeeva, 2024: *Methodicheskie osobennosti vydeleniya chastits mikroplastika iz prob grunta i vodnyh obektov (Methodological features of isolating microplastic particles from soil samples of water bodies)*. Izvestiya RGO [In press].
22. Frank, Y., D. Vorobiev, A. Mandal, Y. Lemeshko, S. Rakhmatullina, and G. K. Darbha, 2022a: *Freshwater Fish Siberian Dace Ingest Microplastics in the Remote Yenisei Tributary*. *Toxics*, **11** (1), 38, <https://doi.org/10.3390/toxics11010038>.
23. Frank, Y., A. Ershova, S. Batasheva, E. Vorobiev, S. Rakhmatullina, D. Vorobiev, and R. Fakhrullin, 2022b: Microplastics in Freshwater: A Focus on the Russian Inland Waters. *Water*, **14** (23), 3909, <https://doi.org/10.3390/w14233909>.
24. Galgani, L. F., G. Hanke, S. Werner, L. Oosterbaan, P. Nilsson, D. Fleet, S. Kinsey, R. C. Thompson, J. Van Franeker, T. Vlachogianni, M. Scoullou, J. Mira Veiga, A. Palatinus, M. Matiddi, T. Maes, S. Korpinen, A. Budziak, H. Leslie, J. Gago, and G. Liebezeit, 2013: *Guidance on Monitoring of Marine Litter in European Seas*. European Commission, Joint Research Centre. MSFD Technical Subgroup on Marine Litter (TG ML) (EUR 26113). <https://doi.org/10.2788/99475>.
25. GESAMP, 2019: Guidelines for the monitoring and assessment of plastic litter in the ocean (Kershaw P.J., Turra A. and Galgani F. editors), (IMO/FAO/UNESCO-IOC/UNIDO/WMO/IAEA/UN/UNEP/UNDP/ISA Joint Group of Experts on the Scientific Aspects of Marine Environmental Protection. Rep. Stud. GESAMP, **99**, 130 p.
26. HELCOM BLUES Microlitter Group, 2022: Draft guidelines on monitoring of microlitter in seabed sediments in the Baltic Sea. Document 2. Accessed: November 2022. <https://portal.helcom.fi/meetings/HELCOM%20BLUES%20WS%203.2-2022-999/MeetingDocuments/Forms/AllItems.aspx>.
27. Hidalgo-Ruz, V., L. Gutow, R. C. Thompson, and M. Thiel, 2012: Microplastics in the marine

- environment: A review of the methods used for identification and quantification. *Environmental Science and Technology*, **46** (6), 3060–3075, <https://doi.org/10.1021/es2031505>.
28. Huppertsberg, S. and T. P. Knepper, 2020: *Validation of an FT-IR microscopy method for the determination of microplastic particles in surface waters*. *MethodsX* **7**, 100874, <https://doi.org/10.1016/j.mex.2020.100874>.
 29. ISO/FDIS 24187:2023, 2023: Principles for the analysis of microplastics present in the environment. Accessed: March 2024. <https://www.iso.org/standard/78033.html>.
 30. Kanhai, L. D. K., K. Gårdfeldt, O. Lyashevskaya, M. Hassellöv, R. C. Thompson, and I. O'Connor, 2018: Microplastics in sub-surface waters of the Arctic Central Basin. *Marine Pollution Bulletin*, **130**, 8–18, <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.03.011>.
 31. Karlsson, T. M., A. Kärrman, A. Rotander, and M. Hassellöv, 2020: Comparison between manta trawl and in situ pump filtration methods, and guidance for visual identification of microplastics in surface waters. *Environmental Science and Pollution Research*, **27** (5), 5559–5571, <https://doi.org/10.1007/s11356-019-07274-5>.
 32. Kögel, T., B. M. Hamilton, M. E. Granberg, J. Provencher, S. Hammer, A. Gomiero, K. Magnusson, and A. L. Lusher, 2023: Current efforts on microplastic monitoring in Arctic fish and how to proceed. *Arctic Science*, **9** (2), 266–283, <https://doi.org/10.1139/as-2021-0057>.
 33. Kotar, S., R. McNeish, C. Murphy-Hagan, V. Renick, C.-F. T. Lee, C. Steele, A. Lusher, C. Moore, E. Minor, J. Schroeder, P. Helm, K. Rickabaugh, H. De Frond, K. Gesulga, W. Lao, K. Munno, L. M. Thornton Hampton, S. B. Weisberg, C. S. Wong, G. Amarpuri, R. C. Andrews, S. M. Barnett, S. Christiansen, W. Cowger, K. Crampond, F. Du, A. B. Gray, J. Hankett, K. Ho, J. Jaeger, C. Lilley, L. Mai, O. Mina, E. Lee, S. Primpke, S. Singh, J. Skovly, T. Slifko, S. Sukumaran, B. Van Bavel, J. Van Brocklin, F. Vollnhals, C. Wu, and C. M. Rochman, 2022: Quantitative assessment of visual microscopy as a tool for microplastic research: Recommendations for improving methods and reporting. *Chemosphere*, **308**, 136449, <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.136449>.
 34. Kukulka, T., G. Proskurowski, S. Morét-Ferguson, D. W. Meyer, and K. L. Law, 2012: The effect of wind mixing on the vertical distribution of buoyant plastic debris: wind effects on plastic marine debris. *Geophysical Research Letters*, **39** (7), <https://doi.org/10.1029/2012GL051116>.
 35. Lachenmeier, D. W., J. Kocareva, D. Noack, and T. Kuballa, 2015: *Microplastic Identification In German Beer – An Artefact Of Laboratory Contamination?* <https://doi.org/10.5281/ZENODO.1250715>.
 36. Li, J., H. Liu, and J. Paul Chen, 2018: Microplastics in freshwater systems: A review on occurrence, environmental effects, and methods for microplastics detection. *Water Research*, **137**, 362–374, <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.12.056>.
 37. Lindeque, P. K., M. Cole, R. L. Coppock, C. N. Lewis, R. Z. Miller, A. J. R. Watts, A. Wilson-McNeal, S. L. Wright, and T. S. Galloway, 2020: Are we underestimating microplastic abundance in the marine environment? A comparison of microplastic capture with nets of different mesh-size. *Environmental Pollution*, **265**, 114721, <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.114721>.
 38. Lusher, A. L. and S. Primpke, 2023: Finding the Balance between Research and Monitoring: When Are Methods Good Enough to Understand Plastic Pollution? *Environmental Science & Technology*, **57** (15), 6033–6039, <https://doi.org/10.1021/acs.est.2c06018>.
 39. Lusher, A. L., V. Tirelli, I. O'Connor, and R. Officer, 2015: Microplastics in Arctic polar waters: the first reported values of particles in surface and sub-surface samples. *Scientific Reports*, **5** (1), 14947, <https://doi.org/10.1038/srep14947>.
 40. Lusher, A. L., I. L. N. Bråte, K. Munno, R. R. Hurley, and N. A. Welden, 2020a: Is It or Isn't It: The Importance of Visual Classification in Microplastic Characterization. *Applied Spectroscopy*, **74**, <https://doi.org/10.1177/0003702820930733>.

41. Lusher, A. L., K. Munno, L. Hermabessiere, and S. Carr, 2020b: Isolation and Extraction of Microplastics from Environmental Samples: An Evaluation of Practical Approaches and Recommendations for Further Harmonization. *Applied Spectroscopy*, **74** (9), 1049–1065, <https://doi.org/10.1177/0003702820938993>.
42. Martínez-Francés, E., B. Van Bavel, R. Hurley, L. Nizzetto, S. Pakhomova, N. T. Buenaventura, C. Singdahl-Larsen, M.-L. T. Magni, J. E. Johansen, and A. Lusher, 2023: Innovative reference materials for method validation in microplastic analysis including interlaboratory comparison exercises. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, **415** (15), 2907–2919, <https://doi.org/10.1007/s00216-023-04636-4>.
43. Michida, Y., S. Chavanich, S. Chiba, M. R. Cordova, C. A. Cózar, F. Galgani, P. Hagmann, H. Hinata, A. Isobe, P. Kershaw, N. Kozlovskii, D. Li, A. L. Lusher, E. Marti, S. A. Mason, J. L. Mu, H. Saito, W. J. Shim, A. D. Syakti, H. Takada, R. Thompson, T. Tokai, K. Uchida, and J. Wang, 2019: *Guidelines for Harmonizing Ocean Surface Microplastic. Version 1.1*. Chiyoda-ku, Tokyo, Japan, Ministry of the Environment Japan, 74 p. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.25607/OBP-867>.
44. Monteiro, S. S. and J. Pinto Da Costa, 2022: Methods for the extraction of microplastics in complex solid, water and biota samples. *Trends in Environmental Analytical Chemistry*, **33**, e00151. <https://doi.org/10.1016/j.teac.2021.e00151>.
45. Morgana, S., L. Ghigliotti, N. Estévez-Calvar, R. Stifanese, A. Wieckzorek, T. Doyle, J. S. Christiansen, M. Faimali, and F. Garaventa, 2018: Microplastics in the Arctic: A case study with sub-surface water and fish samples off Northeast Greenland. *Environmental Pollution*, **242**, 1078–1086, <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.08.001>.
46. Van Mourik, L. M., S. Crum, E. Martinez-Frances, B. van Bavel, H. A. Leslie, J. de Boer, and W. P. Cofino, 2021: Results of WEPAL-QUASIMEME/NORMANs first global interlaboratory study on microplastics reveal urgent need for harmonization. *Science of The Total Environment*, **772**, 145071, <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.145071>.
47. Pakhomova, S., I. Zhdanov, and B. Van Bavel., 2020: Polymer Type Identification of Marine Plastic Litter Using a Miniature Near-Infrared Spectrometer (MicroNIR). *Applied Sciences*, **10** (23), 8707, <https://doi.org/10.3390/app10238707>.
48. Pakhomova, S., A. Berezina, A. L. Lusher, I. Zhdanov, K. Silvestrova, P. Zavialov, B. Van Bavel, and E. Yakushev, 2022: Microplastic variability in subsurface water from the Arctic to Antarctica. *Environmental Pollution*, **298**, 118808, <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2022.118808>.
49. Pakhomova, S., A. Berezina, I. Zhdanov, O. Mekhova, A. Ilinskaya, A. Golyakov, T. Polivanova, A. Gebruk, A. Lusher, and E. Yakushev, 2024: Floating microplastics in Svalbard fjords: high spatial variability requires methodological consistency in estuarine systems. *Marine Pollution Bulletin* [In press].
50. Prata, J. C., J. P. Da Costa, A. C. Duarte, and T. Rocha-Santos, 2019: Methods for sampling and detection of microplastics in water and sediment: A critical review. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, **110**, 150–159, <https://doi.org/10.1016/j.trac.2018.10.029>.
51. Prata, J. C., V. Reis, J. P. Da Costa, C. Mouneyrac, A. C. Duarte, and T. Rocha-Santos, 2021: Contamination issues as a challenge in quality control and quality assurance in microplastics analytics. *Journal of Hazardous Materials*, **403**, 123660, <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.123660>.
52. Primpke, S., M. Wirth, C. Lorenz, and G. Gerdts, 2018: Reference database design for the automated analysis of microplastic samples based on Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, **410** (21), 5131–5141, <https://doi.org/10.1007/s00216-018-1156-x>.
53. Primpke, S., S. H. Christiansen, W. Cowger, H. De Frond, A. Deshpande, M. Fischer, E. B. Holland, M. Meyns, B. A. O'Donnell, B. E. Ossmann, M. Pittroff, G. Sarau,

- B. M. Scholz-Böttcher, and K. J. Wiggin, 2020: Critical Assessment of Analytical Methods for the Harmonized and Cost-Efficient Analysis of Microplastics. *Applied Spectroscopy*, **74**, <https://doi.org/10.1177/0003702820921465>.
54. Provencher, J. F., G. A. Covernton, R. C. Moore, D. A. Horn, J. L. Conkle, and A. L. Lusher, 2020: Proceed with caution: The need to raise the publication bar for microplastics research. *Science of The Total Environment*, **748**, 141426, <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.141426>.
55. Razeghi, N., A. H. Hamidian, C. Wu, Y. Zhang, and M. Yang, 2021: Microplastic sampling techniques in freshwaters and sediments: a review. *Environmental Chemistry Letters*, **19** (6), 4225–4252, <https://doi.org/10.1007/s10311-021-01227-6>.
56. Rist, S., A. Vianello, M. H. S. Winding, T. G. Nielsen, R. Almeda, R. R. Torres, and J. Vollertsen, 2020: Quantification of plankton-sized microplastics in a productive coastal Arctic marine ecosystem. *Environmental Pollution*, **266**, 115248, <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.115248>.
57. Schymanski, D., B. E. Oßmann, N. Benismail, K. Boukerma, G. Dallmann, E. von der Esch, D. Fischer, F. Fischer, D. Gilliland, K. Glas, T. Hofmann, A. Käßler, S. Lacorte, J. Marco, M. E. Rakwe, J. Weisser, C. Witzig, N. Zumbülte, and N. P. Ivleva, 2021: 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** (24), 5969–5994, <https://doi.org/10.1007/s00216-021-03498-y>.
58. Setälä, O., K. Magnusson, M. Lehtiniemi, and F. Norén, 2016: Distribution and abundance of surface water microlitter in the Baltic Sea: A comparison of two sampling methods. *Marine Pollution Bulletin*, **110** (1), 177–183, <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.06.065>.
59. Shim, W. J., S. H. Hong, and S. E. Eo, 2017: Identification methods in microplastic analysis: a review. *Analytical Methods*, **9** (9), 1384–1391, <https://doi.org/10.1039/C6AY02558G>.
60. Silvestrova, K. and N. Stepanova, 2021: The distribution of microplastics in the surface layer of the Atlantic Ocean from the subtropics to the equator according to visual analysis. *Marine Pollution Bulletin*, **162**, 111836, <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111836>.
61. Simon, M., N. van Alst, and J. Vollertsen, 2018: Quantification of microplastic mass and removal rates at wastewater treatment plants applying Focal Plane Array (FPA)-based Fourier Transform Infrared (FT-IR) imaging. *Water Research*, **142**, 1–9, <https://doi.org/10.1016/j.watres.2018.05.019>.
62. Stock, F., C. Kochleus, B. Bänsch-Baltruschat, N. Brennholt, and G. Reifferscheid, 2019: Sampling techniques and preparation methods for microplastic analyses in the aquatic environment – A review. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, **113**, 84–92, <https://doi.org/10.1016/j.trac.2019.01.014>.
63. Stock, V., L. Böhmert, G. Coban, G. Tyra, M.-L. Vollbrecht, L. Voss, M. B. Paul, A. Braeuning, and H. Sieg, 2022: Microplastics and nanoplastics: Size, surface and dispersant – What causes the effect? *Toxicology in Vitro*, **80**, 105314, <https://doi.org/10.1016/j.tiv.2022.105314>.
64. STOTEN’s minimum requirements for measurement of plastics in environmental samples, 2024: *Science of The Total Environment*, **912**, 168465, <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.168465>.
65. Tekman, M. B., C. Wekerle, C. Lorenz, S. Primpke, C. Hasemann, G. Gerdts, and M. Bergmann, 2020: Tying up Loose Ends of Microplastic Pollution in the Arctic: Distribution from the Sea Surface through the Water Column to Deep-Sea Sediments at the HAUSGARTEN Observatory. *Environmental Science & Technology*, **54** (7), 4079–4090, <https://doi.org/10.1021/acs.est.9b06981>.
66. Thornton Hampton, L. M., H. De Frond, K. Gesulga, S. Kotar, W. Lao, C. Matuch, S. B. Weisberg, C. S. Wong, S. Brander, S. Christansen, C. R. Cook, F. Du, S. Ghosal, A. B. Gray, J. Hankett, P. A. Helm, K. T. Ho, T. Kefela, G. Lattin, A. Lusher, L. Mai, R. E. McNeish, O. Mina, E. C. Minor, S. Primpke, K. Rickabaugh, V. C. Renick, S. Singh, B. Van Bavel, F. Vollnhals, and C. M. Rochman, 2023: The influence of complex matrices on method performance in

- extracting and monitoring for microplastics. *Chemosphere*, **334**, 138875. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2023.138875>.
67. Torre, M., N. Digka, A. Anastasopoulou, C. Tsangaris, and C. Mytilineou, 2016: Anthropogenic microfibrils pollution in marine biota. A new and simple methodology to minimize airborne contamination. *Marine Pollution Bulletin*, **113** (1–2), 55–61, <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.07.050>.
 68. Vroom, R. J. E., A. A. Koelmans, E. Besseling, and C. Halsband, 2017: Aging of microplastics promotes their ingestion by marine zooplankton. *Environmental Pollution*, **231**, 987–996, <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2017.08.088>.
 69. Way, C., M. D. Hudson, I. D. Williams, and G. J. Langley. 2022. Evidence of underestimation in microplastic research: A meta-analysis of recovery rate studies. *Science of The Total Environment*, **805**, 150227, <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.150227>.
 70. Yakushev, E., A. Gebruk, A. Osadchiv, S. Pakhomova, A. Lusher, A. Berezina, B. van Bavel, E. Vorozheikina, D. Chernykh, G. Kolbasova, I. Razgon, and I. Semiletov, 2021: Microplastics distribution in the Eurasian Arctic is affected by Atlantic waters and Siberian rivers. *Communications Earth & Environment*, **2** (1), 1–11, <https://doi.org/10.1038/s43247-021-00091-0>.
 71. Zeng, Y., H. Wang, D. Liang, W. Yuan, Y. Shen, Z. Shen, and Q. Gu, 2024: Shape- and polymer-considered simulation to unravel the estuarine microplastics fate. *Journal of Hazardous Materials*, 461, 132679, <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2023.132679>.
 72. Zhdanov, I., S. Pakhomova, A. Berezina, K. Silvestrova, N. Stepanova, and E. Yakushev, 2023: Differences in the Fate of Surface and Subsurface Microplastics: A Case Study in the Central Atlantic. *Journal of Marine Science and Engineering*, **11** (1), 210, <https://doi.org/10.3390/jmse11010210>.
 73. Zhdanov, I. A., 2023: *Assessment of the distribution and variability of surface microplastics in the Eurasian Arctic based on unified methods*. PhD thesis. Moscow, SIO RAS, 118 p.
 74. Zobkov, M. B. and E. E. Esyukova, 2018: Microplastics in the marine environment: a review of methods for selection, preparation and analysis of water samples, bottom sediments and coastal sediments. *Oceanology*, **58** (1), 137–143, <https://doi.org/10.1134/S0001437017060169>.

Submitted 10.03.2024, accepted 25.04.2024.

For citation: Pakhomova, S. V., A. A. Ershova, I. A. Zdanov, and E. V. Yakushev, 2024: Methods for studying microplastic pollution in natural waters: current state and recommendations // *Journal of Oceanological Research*, **52** (1), 80–120, [https://doi.org/10.29006/1564-2291.JOR-2024.52\(1\).5](https://doi.org/10.29006/1564-2291.JOR-2024.52(1).5).