

**Российская академия наук
Институт океанологии им. П.П. Ширшова РАН
Атлантическое отделение**

приложение к статье

Зобков М.Б., Есюкова Е.Е.

**МИКРОПЛАСТИК В МОРСКОЙ СРЕДЕ:
ОБЗОР МЕТОДОВ ОТБОРА, ПОДГОТОВКИ И АНАЛИЗА
ПРОБ ВОДЫ, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ И БЕРЕГОВЫХ НАНОСОВ**

Океанология, №1 2018

Версия от 11.08.2016

 **RSE**
MARBLE - *MicroplAstics Research in the Baltic marine Environment*

Калининград, 2017 г.

Загрязнение морской среды частицами микропластика в настоящее время признано нарастающей проблемой планетарного масштаба.

До настоящего времени основной сложностью при проведении количественных оценок такого загрязнения является отсутствие стандартизированных методик отбора, подготовки и анализа проб воды, донных и береговых отложений. Данная проблема практически не освещена в отечественной научной печати.

Авторами подготовлен методический материал, касающийся обнаружения частиц микропластика в морской среде, определения их количества и физико-химических свойств.

Материалы подготовлены в рамках работы по проекту РНФ № 15-17-10020 «Физические и динамические свойства частиц морского микропластика и их перенос в бассейне с вертикальным и горизонтальным градиентом солёности на примере Балтийского моря» (рук. д.ф.-м.н. Чубаренко И.П.).

Ссылка на этот материал должна производиться по форме: Зобков М.Б., Есюкова Е.Е. Микропластик в морской среде: обзор методов отбора, подготовки и анализа проб воды, донных отложений и береговых наносов // Океанология. 2017. Т. 58. № 1. С. 149-157. DOI: [10.7868/S0030157418010148](https://doi.org/10.7868/S0030157418010148)

Введение

Пластик на сегодняшний день является одним из наиболее востребованных материалов и используется практически во всех областях промышленности. Его физико-химические свойства, обеспечивающие его прочность, легкость и долговечность, в сочетании с низкой себестоимостью делают этот материал практически незаменимым при производстве широкого круга изделий бытового назначения, в строительстве и на производстве. Общемировой выпуск пластика достигает 275-299 млн. т/год [Rilling, 2012; Wright et al., 2013; Koelmans, 2014; Eriksen et al., 2014; Velis, 2014; Marine Anthropogenic Litter, 2015; PlasticsEurope, 2014, 2015; Jambeck et al., 2015; Rocha-Santos, Duarte, 2015], в то время как масштабы утилизации и переработки пластиков несоизмеримо ниже [Hopewell et al., 2009; PlasticsEurope, 2014, 2015; ISWA2015]. Даже в благополучной в этом отношении Европе в 2012 г. переработка отходов пластика составила только 62% (из них на вторичную переработку пришлось 26%, на регенерацию энергии 36%), и на свалки ушло 38% пластика [PlasticsEurope, 2014, 2015]. При этом основное производство пластмасс переместилось из Европы в Азию: в настоящее время в Азии размещено до 40% объема мирового производства, и по 20% – в Европе и Северной Америке, а Китай является крупнейшим производителем для отдельно взятой страны - 24% производства пластмасс [Velis, 2014]. Согласно сообщению *cKinetics Accelerating Sustainability* [Upendra Bhatt, 2015], на вторичную переработку в мире приходится в среднем 60% пластиковых отходов, производимых со скоростью порядка 20 тыс. тонн в день. При этом огромная часть производства пластика приходится на одноразовые изделия или изделия с коротким сроком службы [Rocha-Santos, Duarte, 2015; Rilling, 2012; Koelmans, 2014]. В России вопросы переработки пластика только начинают подниматься, основная его часть захоранивается в почве, а зачастую и на её поверхности [Rilling, 2012]. В связи с низкой плотностью пластиков, изменяющейся для разных соединений в районе плотности воды, синтетический мусор легко выносится с водосборной территории в озера и реки, и затем поступает в моря и мировой океан [Rilling, 2012; Wright, Thompson, 2013, Browne et al., 2011]. Значительную роль в поступлении пластика в морскую среду играет непосредственный сброс хозяйственно-бытовых сточных вод в береговую зону морей, загрязнение береговой полосы отдыхающими, пластиковый мусор, поступающий с судов, остатки рыболовного снаряжения. Крупные пластиковые остатки медленно, но постоянно разрушаются в результате влияния солнечной радиации, механического и биологического воздействия. Этот процесс порождает огромное количество макро-, микро- и наночастиц, которые и несут наибольшую опасность для окружающей среды.

Микрочастицы пластика имеют широкий спектр размерных групп и низкую плотность, в результате чего многие живые организмы воспринимают их как источник пищи [Graham, Thompson, 2009; Aloy et al., 2011; Boerger et al., 2010]. Поскольку пластик не разлагается их ферментативной системой, его проглатывание само по себе представляет угрозу для них и может вызывать летальный исход [Azzarello, Van Vleet, 1987; Laist, 1987; Derraik, 2002; Browne et al., 2008; Gregory, 2009; Morét-Ferguson et al., 2010; Murray, Cowie, 2011; Farrell, Nelson, 2013; Foekema et al., 2013; Cole et al., 2014]. Однако наибольшее беспокойство вызывает тот факт, что частицы пластика способны адсорбировать на своей поверхности многие загрязняющие вещества [Rios et al., 2010; Endo et al., 2005; Karapanagioti, Klontza, 2008; Frias et al., 2010; Ashton et al., 2010], становясь тем самым их вторичным источником и проводником поступления загрязнителей в водные организмы. Загрязняющие вещества, продвигаясь вверх по пищевой цепи, могут концентрироваться как в высших хищниках, так и в организме человека [Marine Anthropogenic Litter, 2015; Ivar do Sul, Costa, 2014].

Эти частицы пластика в настоящее время получили название «микропластик» и широко исследуются в мире как загрязняющий компонент в окружающей среде.

Кроме вторичного микропластика, образовавшегося в результате разложения предметов и крупных пластиковых обломков, выделяют и первичный, попавший в водные объекты в исходном виде [Cole et al., 2011; Ivar do Sul, Costa, 2014; GESAMP, 2015]. Это пластиковые гранулы, или пеллеты, применяющиеся в производстве в качестве сырья для изготовления пластиковых листов и готовых изделий, а также микрогранулы (микросферы, наносферы, микрокапсулы, нанокapsулы, микрошарики [Kershaw, Leslie, 2012; UNEP, 2015], применяющиеся в косметической промышленности [Fendall, Sewell, 2009; Cole et al., 2011; GESAMP, 2015; UNEP, 2015].

В настоящее время еще окончательно не сформировано определение, какого размера частицы относить к микропластику: с диаметром <10 мм [Graham, Thompson, 2009], <5 мм [Barnes et al., 2009; Betts, 2008; Arthur et al., 2009], 2–6 мм [Derraik, 2002], <2 мм [Ryan et al., 2009], <1 мм [Browne et al., 2007; Browne et al., 2010; Claessens et al., 2011], <500 мкм [Cole et al., 2011] и т.д., но большинство ученых [Cole et al., 2011; Hidalgo-Ruz, 2012, Wright, Thompson, 2013] сходятся в том, что это частицы размером от 0.5 до 5 мм по наибольшему измерению. В некоторых работах предлагается использовать более низкий предел 0.3 мм [Collignon et al., 2012; Desforges et al., 2012], что обусловлено широким применением планктонных сетей с размером ячеек около 333-335 мкм для отбора проб воды [GESAMP, 2015; Rocha-Santos, Duarte, 2015]. Выделение частиц размером от 0.5 до 5 мм в особую группу не случайно и вызвано значительными техническими сложностями,

имеющимися при анализе частиц размером менее 0.5 мм [Hidalgo-Ruz et al., 2012]; в данном обзоре мы будем придерживаться именно этого размерного диапазона при определении частиц микропластика - от 0.5 до 5 мм. Кроме этих размерных групп, вероятно присутствие и других, более мелких, наноразмерных частиц (например, 1 нм – 1 мкм [GESAMP (2014)], <50 мкм [Andrady, 2011]). Методики для их качественного и количественного анализа еще только предстоит разработать [Andrady, 2011].

Первые сообщения об обнаружении микропластика при отборе проб фитопланктона относятся к началу 70 гг. прошлого века [Carpenter et al., 1972; Carpenter, Smith, 1972], однако только сейчас проблема микропластика в мировом океане начала активно подниматься в зарубежной научной литературе [Depledge et al., 2013; Rochman et al., 2013; Ivar do Sul, Costa, 2014; Browne et al., 2011; Fendall, Sewell, 2009].

Поскольку микропластик представляет собой очень неоднородную группу частиц и значительно различается по размеру, форме, цвету, плотности и может состоять из широко круга синтетических полимеров, одной из основных проблем при оценке его количества в окружающей среде является разработка надежных способов отбора проб, пробоподготовки и обнаружения. Практически всеми исследователями поднимается вопрос о необходимости разработки стандартизованных методик; несмотря на то, что первые шаги в этом направлении уже сделаны [Masura et al., 2015], в целом на сегодняшний день эта проблема остается нерешенной.

Многими учеными [Masura et al., 2015; Hidalgo-Ruz et al., 2012; Norén, 2007; Andrady, 2011; Song et al., 2014] в настоящее время прилагаются значительные усилия по разработке и апробации методов отбора и подготовки проб воды, донных и береговых отложений, а также разработке методики обнаружения микропластика в них. В отечественных научных изданиях проблема присутствия и анализа микропластика в морской среде до настоящего времени не поднималась. Поэтому нами была проведена работа по поиску, сбору и обобщению наиболее современных и интересных материалов, описывающих процесс отбора и анализа проб микропластика. Здесь и в дальнейшем, под термином «анализ микропластика» будет пониматься комплексное исследование частиц пластика размером до 5 мм с целью количественного определения его содержания в воде, песке и донных отложениях как загрязняющего компонента природной среды, а также определение индивидуальных свойств, физико-химических характеристик и химического состава этих полимерных частиц.

По мере выхода новых методических обзоров данный перечень предполагается пополнять, в том числе в состав предлагаемых нами материалов будет включена авторская

методика отбора и анализа проб микропластика в воде, донных отложениях и береговых наносах, основанная как на нашем, так и передовом зарубежном опыте.

Мы надеемся, что подготовленный нами материал поможет другим исследователям в решении задач оценки количества и динамики микропластика в морской среде и определении его роли в загрязнении Мирового океана.

Содержание

Лабораторные методы анализа микропластика в морской среде: рекомендации для количественного анализа синтетических частиц в воде и донных отложениях (программа исследования морского мусора NOAA). (Источник: Masura J., Baker J., Foster G., Arthur C. Laboratory methods for the analysis of microplastics in the marine environment: recommendations for quantifying synthetic particles in waters and sediments. NOAA Technical Memorandum NOS-OR&R-48.2015. 31.) <i>(перевод Зобкова М.Б.)</i>	9
Микропластик в морской среде: обзор методов, используемых для идентификации и количественного определения. (Источник: Hidalgo-Ruz, V., L. Gutow, R.C. Thompson, M. Thiel, Microplastics in the marine environment: a review of the methods used for identification and quantification, Environ. Sci. Technol. 46 (2012) 3060-3075) (абстракт, перевод Зобкова М.Б.)	27
Обсуждение методов измерения плотности неясных пластиков. <i>Зобков М.Б.</i>	28
Метод анализа микропластика в пробах воды для проекта MARBLE. <i>Зобков М.Б., Есюкова Е.Е.</i>	33
Основные библиографические источники, касающиеся обнаружения микропластика в окружающей среде	42

**Лабораторные методы анализа микропластика в морской среде:
рекомендации для количественного анализа синтетических частиц в воде и донных
отложениях (программа исследования морского мусора NOAA)**

Источник: Masura J., Baker J., Foster G., Arthur C. Laboratory methods for the analysis of microplastics in the marine environment: recommendations for quantifying synthetic particles in waters and sediments. NOAA Technical Memorandum NOS-OR&R-48.2015. 31.

(перевод Зобкова М.Б.)

От переводчика

Данное руководство является одним из первых методических документов, предлагающих пошаговую методику анализа микропластика в морской среде. Значительным преимуществом предлагаемой методики является использование однообразных процедур для анализа как проб воды, так и донных и береговых отложений, что позволяет получать сравнимые между собой результаты, делать выводы о потоках вещества между различными морскими зонами. Методика имеет три раздела, в каждом из которых описывается порядок действий при анализе пробы соответствующего состава (проба воды, песка или донных отложений), необходимые для этого инструменты и реактивы. Имеется введение и заключение: в заключении приводятся формулы для вычисления концентраций пластика и данные по верификации методики.

Процесс анализа проб различного состава несколько различается, но обязательно включает в себя следующие стадии: просеивание, сушка, жидкое окисление в перекиси водорода, плотностное разделение (флотация), визуальная сортировка с помощью микроскопа. Операции просеивания производятся несколько раз при выполнении каждого анализа. Данный факт значительно ускоряет процесс, по сравнению с фильтрацией, однако, поскольку при этом используются сита с размером ячеек 0.3 мм, при повторных процедурах фильтрации возможна потеря части пробы из размерных групп, близких к 0.3 мм, а также волокон. Поэтому, данная методика в предлагаемом авторами виде может с успехом применяться для пластиковых гранул, являющихся сырьем для производства пластика. Об этом говорит и то, что верификация методики производилась именно на этом материале. Поэтому, несмотря на то, что в работе заявляется её применимость для анализа твердых и мягких пластиков, пленок, листов, лесок и волокон, для них её стоит применять осмотрительно. Другое ограничение, о котором стоит помнить при реализации анализа, заключается в несовершенстве используемой процедуры флотации. При этом осажденные на дно сепаратора плотные пластики предлагается определять невооруженным глазом и отделять пинцетом от оставшегося биологического материала. Усугубляет ситуацию и то,

что на последнем этапе сепарации рекомендуется использовать концентрированный раствор NaCl, удельная плотность которого сравнительно невелика.

Другой недоработкой методики можно считать рекомендацию использования аналитических весов для взвешивания исходной пробы песка или донного осадка. Проблема здесь заключается в том, что далеко не все аналитические весы позволят выполнить взвешивание 400 г материала, тем более с точностью 0.1 мкг. Поэтому на данном шаге лучше воспользоваться техническими или лабораторными весами, точность при измерении веса пробы в 0.1 г по нашему мнению будет вполне достаточна.

Таким образом, можно резюмировать, что данная методика в предлагаемом авторами виде, может с успехом применяться для анализа пластиковых гранул с удельной плотностью не выше 1.2 (г/см³)* размером от 0.3 до 5 мм в диаметре, в то время как концентрация волокон, частиц неправильной формы и материала с удельной плотностью выше 1.2 г/см³ может значительно занижаться. Для более точной оценки концентраций данных форм пластика рекомендуется доработка методики.

**Лабораторные методы анализа микропластика в морской среде:
рекомендации для количественного анализа синтетических частиц в воде и донных
отложениях (программа исследования морского мусора NOAA)**

(источник: Masura J., Baker J., Foster G., Arthur C. Laboratory methods for the analysis of microplastics in the marine environment: recommendations for quantifying synthetic particles in watersand sediments. NOAA Technical Memorandum NOS-OR&R-48.2015. 31.

http://marinedebris.noaa.gov/sites/default/files/publications-files/noaa_microplastics_methods_manual.pdf) Дата обращения: 06.07.2015

На протяжении последних десятилетий количество микропластика в морских и пресных водах продолжает расти. Несмотря на возросший интерес к этой проблеме, влияние микропластика на живые организмы еще остается не ясным. Первое упоминание о частицах микропластика относится к 70 гг. и говорит о сферах, попавших в планктонные сети на побережье новой Англии [Carpenter et al., 1972].

В настоящее время под микропластиком понимают частицы размером меньше 5 мм. [Arthur et al., 2009]. Нижняя размерная граница не определена, тем не менее, она в большинстве случаев ограничена размером планктонных сетей или сит, которые

* - здесь и далее, невзирая на размерность, указанную в источнике, для твердых и аморфных веществ удельная плотность указывается в г/см³, а для жидкостей и растворов – г/мл.

повсеместно используют для сбора проб микропластика (333 мкм и 33 мкм) [Arthur et al., 2009].

Различают первичные и вторичные источники поступления микропластика в море [Arthur et al., 2009]. Первичный микропластик может состоять из пластиковых пеллет, используемых для производства пластиковой продукции, скрабов из парфюмерной продукции и микрогранул, которые поступают в воду с поверхностным стоком [Andrady, 2011]. Вторичным источником микропластика является пластиковый мусор (мезо и макропластик), который разлагается в морской среде под действием механических воздействий, фотоокисления и (или) биоразложения [Thompson et al., 2004; Browne et al., 2007; Cooper, Corcoran, 2010; Andrady, 2011]. Под действием внешних сил большие фрагменты разбиваются на все более мелкие, не видимые невооруженным глазом.

Существует много областей, где применяется микропластик. Для примера, микрогранулы применяются в косметической промышленности, в скрабах для лица или гелях для душа. В некоторых областях медицины они применяются для введения лекарств [Browne et al., 2007]. Волокна, из которых состоит синтетическая одежда и веревки, являются, по сути, микропластиком [Thompson et al., 2004; Browne et al., 2007], а также частицы, используемые в пескоструйных аппаратах для чистки кораблей и крупных механизмов [Browne et al., 2007]. Многие из этих микрочастиц, микрогранул и микроволокон достаточно малы, чтобы пройти через очистные сооружения для сточных вод и попасть в речную систему [Browne et al., 2007].

Влияние микропластика на живые организмы еще слабо изучено. Тем не менее, было определено, что некоторые организмы, позвоночные и беспозвоночные, поедают микропластик. Эти примеры охватывают организмы, различающиеся по типу питания, такие как детритофаги, ракообразные и фильтраторы. Примеры включают кораллы [Hall et al., 2015], моллюсков [Browne et al., 2007], рыбу [Carpenter et al., 1972], а также пескожилов, бокоплавов, моллюсков [Thompson et al., 2004].

Значительное беспокойство вызывает тот факт, что частицы микропластика могут адсорбировать на своей поверхности загрязняющие вещества [Carpenter et al., 1972; Teuton et al., 2007; Andrady, 2011]. Живые организмы при проглатывании таких частиц будут подвергаться значительно большему воздействию загрязняющих веществ [Teuton et al., 2007]. Таким образом, пластиковый мусор представляет собой накопитель и вторичный источник химических загрязняющих веществ, а микропластик – путь их доставки в живые организмы [Browne et al., 2007].

1.0 Метод анализа микропластика в пробах воды

Этот метод применим для анализа микропластика как взвешенного вещества в пробах воды, отобранных поверхностной сетью. Формы пластика определяемые этим методом: твердые и мягкие пластики, пленки, лески, волокна, листы. Метод состоит из фильтрации взвеси, собранной с помощью поверхностной планктонной сетки, через 5.6 мм и / или 0.3 мм сита для отбора материала нужной размерной группы. Просеянный материал высушивается для определения массы твердых веществ в пробе. Твердые вещества подвергаются мокрому окислению в среде перекиси водорода в присутствии катализатора – Fe(II) для растворения лабильного органического вещества. Пластик остается незатронутым. Оставшиеся нерастворенные фрагменты подвергаются плотностному разделению в растворе NaCl для отделения частиц пластика от остальных через флотацию с помощью сепаратора. После сепаратора частицы пластика собираются на 0.3 мм фильтр, сушатся, пластик отделяется с помощью микроскопа и взвешивается для определения его концентрации.

Метод применим для определения многих пластиков, включая полиэтилен (0.91-0.97 г/см³), полипропилен (0.94 г/см³), поливинилхлорид (1.4 г/см³) и полистирол (1.05 г/см³)*.

Этим методом частицы определяются как микропластик, если они имеют размер от 5 до 0.3 мм, не подвержены разложению в среде перекиси водорода, проходят флотацию в 5М растворе NaCl (1.15 г/мл) или 5.4М растворе метавольфрамата лития (1.62 г/мл) и проходят визуальный микроскопический контроль при 40X увеличении.

1.1 Оборудование и материалы

- Сита из нержавеющей стали диаметром 20 см и глубиной 5 см каждое. Размер ячеек: 5.6 мм, 1 мм, 0.3 мм
- Шприцовка с дистиллированной водой
- Лабораторный стакан 500 мл
- Аналитические весы (до 0.1 мг)
- Металлическая лопаточка
- Сушильный шкаф (до 90 °С)
- Раствор Fe(II) (0.05 М молярный). Готовиться добавлением 7.5 г FeSO₄*7H₂O (конц. 278.05 г/моль) к 500 мл дистиллированной воды и 3 мл концентрированной серной кислоты

* - ред.: в источнике указывается размерность плотности пластиков в г/мл

- 30% раствор перекиси водорода
- Магнитная мешалка
- Лабораторная электрическая плитка
- Стекло часовое лабораторное
- Хлорид натрия (соль пищевая)
- Металлический пинцет
- Плотностной разделитель, собранный из: стеклянной воронки (122 мм в диаметре) с надетой снизу латексной трубкой, пережатой зажимом
- Штатив
- Резиновое кольцо*
- Зажим химический длиной 5 см
- Алюминиевая фольга
- Малые сита диаметром 59 мм, изготовленные из пластиковой трубки с приклеенной снизу нейлоновой сеткой. Размер ячейки 5, 1 и 0.3 мм[†]
- Стеклянные бюксы объемом 4 мл
- Стереомикроскоп с увеличением 40X

1.2 Сырое просеивание

- Пропустить пробу через установленные друг над другом нержавеющей сита 5.6 мм и 0.3 мм.
- Ополоснуть бутылку из-под пробы из шприцовки, чтобы перенести все остающиеся в ней твердые частицы на сита, и промыть их от соли.
- Хорошо промыть сита дистиллированной водой. Убедиться, что весь материал был хорошо промыт, отсортирован, а вода стекла.
- Удалить материал, оставшийся на верхнем сите.

1.3 Перемещение твердых частиц

- Взвесить чистый и сухой 500 мл лабораторный стакан на аналитических весах.
- Перенести твердые частицы в стакан, используя металлическую лопатку и минимальное промывание из шприцовки.
- Убедиться, что все частицы перенесены в лабораторный стакан.

* - ред.: в дальнейшем не упомянуто

† - ред.: пластиковые сита предлагается использовать для экономии: нержавеющей сита дороги и сушить на них пластик нецелесообразно

- Установить лабораторный стакан в сушильный шкаф, температура 90 °C*, время: 24 часа, или больше, при необходимости. По завершении проба должна быть сухой.

1.4 Определение общей массы твердых частиц

- Определить массу лабораторного стакана с высушенными твердыми частицами на аналитических весах (с точностью 0.1 мг).
- Вычесть из полученной массы массу пустого стакана. Это общая масса микропластика и природных материалов.

1.5 Жидкое окисление в перекиси водорода

- *Реакция очень бурная! Ознакомьтесь с правилами работы и техникой безопасности Вашей лаборатории перед проведением анализа.*
- Добавить 20 мл жидкого раствора 0.05 М Fe(II) в химический стакан с твердыми частицами (п. 1.4).
- Добавьте 20 мл 30% перекиси водорода. *Внимание! Эта смесь может моментально вскипеть при нагревании выше 75 °C.*
- Дать смеси отстояться при комнатной температуре в течение 5 минут.
- Опустить магнит[†] магнитной мешалки в стакан и накрыть стакан часовым лабораторным стеклом.
- Нагреть до 75 °C на лабораторной плите.
- Как только на поверхности начнут наблюдаться пузырьки газа, снять стакан с плиты и поместить лабораторный шкаф, пока кипение не прекратиться. Если содержимое стакана будет переполнять стакан, нужно добавить дистиллированную воду для замедления реакции.
- Нагреть стакан до 75 °C и поддерживать температуру в течение еще 30 минут.
- Если все еще наблюдается природное органическое вещество, добавить еще 20 мл 30% перекиси водорода.
- Повторять, пока природное органическое вещество не перестанет наблюдаться.
- Добавить 6 г соли (NaCl) на каждые 20 мл пробы для увеличения плотности раствора.
- Нагреть раствор до 75 °C, пока соль не растворится.

* - ред.: ст. EN ISO 4611:1999 рекомендует сушить пластики при температуре не выше 50 °C.

† - ред.: магнит мешалки используется в качестве центра парообразования, можно использовать кусочек стеклянной палочки.

1.6 Переместить получившийся на шаге 1.5 раствор в плотностной разделитель

- Промыть лабораторный стакан дистиллированной водой для перемещения всех оставшихся твердых частиц в плотностной разделитель. Накрывать разделитель алюминиевой фольгой.
- Дать отстояться в течение ночи.
- Визуально осмотреть осадок на наличие частиц микропластика*. Если обнаружен, слить осадок и выбрать микропластик пинцетом. Оставшийся осадок вылить.
- Слить оставшийся в воронке сепаратора раствор через 0.3 мм сито. Промыть сепаратор дистиллированной водой несколько раз, чтобы удостовериться, что все твердые частицы перенесены на сито.
- Высушить сито при комнатной температуре в течение 24 часов, слегка накрыв алюминиевой фольгой.

1.7 Анализ микропластика с помощью микроскопа

- Подписать и взвесить чистый и сухой бюкс с крышкой на аналитических весах.
- Используя микроскоп с увеличением 40X и пинцет, выбрать идентифицируемый микропластик с поверхности сита и поместить его в тарированный бюкс.

1.8 Гравиметрический анализ

- Взвесить бюкс с микропластиком на аналитических весах.
- Отнять от полученного значения массу бюкса. Полученный результат – масса микропластика.

2.0 Метод анализа микропластика в пробах песка с пляжей

Этот метод может быть использован для анализа микропластика в пляжном песке, собранном совком или лопатой. Формы пластика, определяемые этим методом: твердые и мягкие пластики, пленки, лески, волокна, листы. Метод включает просеивание пробы через 5 мм сито для удаления крупного мусора.

Метод применим для определения многих пластиков, включая полиэтилен (0.91- (0.97 г/см^3) †, полипропилен (0.94 г/см^3), поливинилхлорид (1.4 г/см^3) и полистирол (1.05 г/см^3).

Этим методом частицы определяются как микропластик, если они имеют размер от 5 до 0.3 мм, не подвержены разложению в среде перекиси водорода, проходят флотацию в

* - ред.: плотные пластики определяются только невооруженным глазом.

† ред.: в источнике указывается размерность плотности пластиков в г/мл.

5М растворе NaCl (1.15 г/мл) или 5.4М метафосфате лития (1.62 г/мл) и проходят визуальный микроскопический контроль при 40X увеличении.

2.1 Оборудование и материалы

- 800 мл и 500 мл химические стаканы
- Аналитические весы
- Сушильный шкаф
- Метавольфрамат лития. Готовится из коммерческого метавольфрамата лития (2.95 г/мл) путем разбавления деионизованной водой до плотности 1.6 г/мл
- Металлическая лопатка
- Малые сита* диаметром 59 мм, изготовленные из пластиковой трубки с приклеенной снизу нейлоновой сеткой. Размер ячейки 5, 1 и 0.3 мм
- Пинцет
- Раствор Fe(II) (0.05 М молярный) готовится добавлением 7.5 г FeSO₄*7H₂O (конц. 278.05 г/моль) к 500 мл дистиллированной воды и 3 мл концентрированной серной кислоты
- 30% перекись водорода
- Магнитная мешалка
- Лабораторная электрическая плитка
- Стекло часовое лабораторное
- Шприцовка с дистиллированной водой
- Хлорид натрия (соль пищевая)
- Плотностной разделитель, собранный из: стеклянной воронки (122 мм в диаметре) с надетой снизу латексной трубкой, пережатой зажимом
- Штатив
- Резиновое кольцо[†]
- Зажим химический длиной 5 см
- Алюминиевая фольга
- Стеклянные бюксы объемом 4 мл
- Стереомикроскоп с увеличением 40X

* -ред.: пластиковые сита предлагается использовать для экономии: нержавеющие сита дороги и сушить на них пластик нецелесообразно.

† - ред.: в дальнейшем не упомянуто.

2.2 Подготовка проб песка

- Подписать и взвесить чистый и сухой 800 мл химический стакан с точностью 0.1 мг.
- Взвесить 400 г исходной пробы с точностью 0.1 мг*, помещая её в стакан. Высушить в сушильном шкафу при температура 90 °С† в течение ночи или пока проба не высохнет.
- Взвесить высушенную пробу вместе со стаканом для определения сухого веса пробы.
- Отнять от полученного значения вес химического стакана. Результат – сухой вес пробы.

2.3 Плотностное разделение

- Добавить 300 мл раствора метавольфрамата лития (1.6 г/мл) в 800 мл химический стакан к высушенной пробе. Предварительно убедитесь, что плотность раствора именно 1.6 г/мл. Инструкции по приготовлению раствора приведены в разделе 2.1.
- Энергично перемешайте смесь в химическом стакане в течение нескольких минут металлической лопаткой до всплытия микропластика.
- Слить поверхностный слой через сито 0.3 мм. Промыть химический стакан‡ для перемещения всех плавающих твердых частиц на сито.
- Удалить§ любой материал, размером более 5 мм пинцетом.
- Удалить осадки, оставшиеся в химическом стакане.
- Подписать и взвесить чистый и сухой 500 мл химический стакан с точностью 0.1 мг.
- Перенести твердые частицы из 0.3 мм сита в тарированный химический стакан.
- Промывать сито пока все частицы не будут перенесены в стакан.
- Высушить химический стакан с содержимым в сушильном шкафу при 90 °С в течение 24 часов или более, пока проба не высохнет.
- Слить и отфильтровать раствор метавольфрамата лития в отдельную бутылку для дальнейшего использования.

* - ред.: нет необходимости взвешивать песок с такой точностью, по нашему мнению можно использовать технические весы.

† - ред.: ст. EN ISO 4611:1999 рекомендует сушить пластики при температуре не выше 50 °С

‡ - ред.: видимо, раствором метавольфрамата лития

§ - ред.: с сита

2.4 Определение общей массы твердых частиц

- Взвесить химический стакан с высушенными твердыми частицами на аналитических весах с точностью 0.1 мг.
- Отнять от полученного значения вес стакана, результат – вес всего микропластика и природного материала.

2.5 Жидкое окисление в перекиси водорода

- *Реакция очень бурная! Ознакомьтесь с правилами работы и техникой безопасности Вашей лаборатории перед проведением анализа.*
- Добавить 20 мл раствора 0.05 М Fe(II) в химический стакан с твердыми частицами (п. 2.4).
- Добавьте 20 мл 30% перекиси водорода. *Внимание! Эта смесь может моментально вскипеть при нагревании выше 75 °С.*
- Дать смеси отстояться при комнатной температуре в течение 5 минут.
- Опустить магнит магнитной мешалки в стакан и накрыть стакан часовым лабораторным стеклом*.
- Нагреть до 75 °С на лабораторной плите.
- Как только на поверхности начнут наблюдаться пузырьки газа, снять стакан с плиты и поместить лабораторный шкаф, пока кипение не прекратится. Если содержимое стакана будет его переполнять, нужно добавить дистиллированную воду для замедления реакции.
- Нагреть стакан до 75 °С и поддерживать температуру в течение еще 30 минут.
- Если все еще наблюдается природное органическое вещество, добавить еще 20 мл 30% перекиси водорода.
- Повторять до тех пор, пока природное органическое вещество не перестанет наблюдаться.
- Добавить 6 г соли (NaCl) на каждые 20 мл пробы для увеличения плотности раствора.
- Нагреть раствор до 75 °С и поддерживать температуру пока соль не растворится

2.6 Плотностное разделение

- Перенести получившийся на шаге 2.5 раствор в плотностной разделитель.

* ред.: магнит мешалки используется в качестве центра парообразования, можно использовать кусочек стеклянной палочки

- Промыть лабораторный стакан дистиллированной водой для перемещения всех оставшихся твердых частиц в плотностной разделитель. Накрыть разделитель алюминиевой фольгой.
- Дать отстояться в течение ночи.
- Визуально осмотреть осадок на наличие частиц микропластика*. Если обнаружен, слить осадок и выбрать микропластик пинцетом. Оставшийся осадок вылить.
- Слить оставшийся в воронке сепаратора раствор через 0.3 мм сито. Промыть сепаратор дистиллированной водой несколько раз, чтобы удостовериться, что все твердые частицы перенесены на сито.
- Высушить сито при комнатной температуре в течение 24 часов, слегка накрыв алюминиевой фольгой.

2.7 Анализ микропластика с помощью микроскопа

- Подписать и взвесить чистый и сухой бюкс с крышкой на аналитических весах.
- Используя микроскоп с увеличением 40X и пинцет выбрать идентифицируемый микропластик с поверхности сита и поместить его в тарированный бюкс.

2.8 Гравиметрический анализ

- Взвесить бюкс с микропластиком на аналитических весах.
- Отнять от полученного значения массу бюкса. Полученный результат – масса микропластика.

3.0 Метод анализа микропластика в донных отложениях

Этот метод может быть применен для анализа пластикового загрязнения в донных отложениях, отобранных с помощью стратометра или дночерпателя. Виды пластика, определяемые этим методом: твердые и мягкие пластики, пленки, лески, волокна, листы. Метод включает первоначальное разложение высушенной пробы донных отложений. После разложения донные отложения просеиваются через 5 мм и 0.3 мм сита, установленные друг над другом. Микропластик, оставшийся на 0.3 мм сетке подвергается жидкому окислению в растворе перекиси водорода в присутствии катализатора Fe(II) для растворения лабильного органического вещества. Частицы пластика остаются

* - ред.: при использовании NaCl плотные пластики ($\rho > 1.2 \text{ г/см}^3$) определяются только невооруженным глазом.

незатронутыми. Полученный после разложения органического вещества субстрат подвергается плотностному разделению в водном растворе NaCl для отделения пластиковых частиц с помощью флотации. Всплывшие частицы отделяются от более плотных нерастворенных минеральных фрагментов в плотностном разделителе. Всплывшие пластиковые частицы собираются из плотностного разделителя с использованием специально изготовленных 0.3 мм сит, высушиваются, и отбираются для взвешивания и определения концентрации пластика.

Метод применим для определения многих пластиков, включая полиэтилен (0.91-0.97 г/см³)*, полипропилен (0.94 г/см³), поливинилхлорид (1.4 г/см³) и полистирол (1.05 г/см³).

Этим методом частицы определяются как микропластик, если они имеют размер от 5 до 0.3 мм, не подвержены разложению в среде перекиси водорода, проходят флотацию в 5М растворе NaCl (1.15 г/мл) или 5.4М метавольфрамат лития (1.62 г/мл) и проходят визуальный микроскопический контроль при 40X увеличении.

3.1 Оборудование и материалы

- 800 мл и 500 мл химические стаканы
- Аналитические весы
- Сушильный шкаф (90 °C)
- Раствор метафосфата калия. Готовится растворением 5.5 г соли в 1 л деионизированной воды
- Магнитная мешалка
- Малые сита[†] диаметром 59 мм, изготовленные из пластиковой трубки с приклеенной снизу нейлоновой сеткой. Размер ячеек 5, 1 и 0.3 мм
- Пинцет
- Шприцовка с дистиллированной водой
- Метавольфрамат лития. Готовится из коммерческого метавольфрамата лития (2.95 г/мл) путем разбавления деионизированной водой до плотности 1.6 г/мл
- Металлическая лопатка
- Раствор Fe(II) (0.05 М молярный) готовится добавлением 7.5 г FeSO₄*7H₂O (конц. 278.05 г/моль) к 500 мл дистиллированной воды и 3 мл концентрированной серной кислоты.

* - ред.: в источнике указывается размерность плотности пластиков в г/мл

† - ред.: пластиковые сита предлагается использовать для экономии: нержавеющие сита дороги и сушить на них пластик нецелесообразно

- 30% перекись водорода
- Стекло часовое лабораторное
- Лабораторная электрическая плитка
- Хлорид натрия (соль пищевая)
- Плотностной разделитель, собранный из: стеклянной воронки (122 мм в диаметре) с надетой снизу латексной трубкой, пережатой зажимом
- Штатив
- Резиновое кольцо*
- Зажим химический длиной 5 см
- Алюминиевая фольга
- Стеклянные колбы объемом 4 мл
- Стереомикроскоп с увеличением 40X

3.2 Подготовка проб донных отложений

3.2.1 Высушивание донных отложений

- Подписать и взвесить чистый сухой 800 мл химический стакан на аналитических весах с точностью 0.1 мг (а).
- Взвесить 400 г исходной пробы донных отложений с точностью 0.1 мг и добавить в химический стакан.
- Высушить пробу в стакане в сушильном шкафу при 90 °С в течение ночи или до высыхания пробы.
- Взвесить высушенный стакан с материалом для определения сухого веса пробы (b).
- Отнять от полученного значения вес стакана для получения сухой массы пробы.

3.2.2 Размягчение сухой пробы

- Добавить 400 мл метафосфата калия (с концентрацией 5.5 г/л) к сухой пробе донных отложений.
- Поместить в химический стакан магнит магнитной мешалки и перемешивать в течение 1 часа на высоких оборотах.

3.3 Сырое просеивание и перемещение просеянных твердых частиц

- Пропустить пробу через 0.3 мм сито.

* - ред.: в дальнейшем не упомянуто

- Промыть химический стакан дистиллированной водой для перемещения всех оставшихся частиц на сито. Повторить при необходимости.
- Убедиться, что весь материал был смыт с поверхности стакана, отсортирован, а вода стекла.
- Удалить любой видимый материал размером более 5 мм с помощью пинцета.
- Подписать и взвесить чистый сухой 500 мл стакан с точностью 0.1 мг (а).
- Переместить частицы, оставшиеся на 0.3 мм сите в тарированный стакан с помощью лопатки и дистиллированной воды. Промывать как можно меньше.
- Убедиться, что все частицы перенесены в стакан.
- Высушить стаканы и частицы в сушильном шкафу при температуре 90* °C в течение 24 часов, или дольше, до высыхания пробы.

3.4 Определение общей массы твердых веществ

- Взвесить твердые вещества вместе с 500 мл химическим стаканом на аналитических весах с точностью 0.1 мг.
- Отнять от полученного значения массу стакана. Результат – это масса отфильтрованной сухой пробы.

3.5 Плотностное разделение

- Добавить 300 мл раствора метавольфрамата лития (1.6 г/мл) к высушенной пробе, содержащейся в 500 мл химическом стакане. Убедиться, что плотность раствора именно 1.6 г/мл.
- Интенсивно взболтать песчано-водную смесь, содержащуюся в стакане, в течение нескольких минут с помощью лопатки для флотации микропластика.
- Отфильтровать все всплывшие частицы через 0.3 мм сито. Промыть стакан дистиллированной водой[†].
- Подписать и взвесить чистый и сухой 500 мл химический стакан с точностью до 0.1 мг.
- Перенести твердые частицы, собранные с помощью 0.3 мм сита, в тарированный 500 мл стакан.
- Высушить стакан с содержимым в сушильном шкафу при температуре 90 °C в течение 24 часов, или дольше, до высыхания пробы.

* - ред.: ст. EN ISO 4611:1999 рекомендует сушить пластики при температуре не выше 50 °C

† - ред.: лучше для промывки использовать тот же раствор, иначе всплывшие пластики могут утонуть при понижении плотности раствора.

- Восстановить и отфильтровать раствор метавольфрамата лития в отдельную емкость для дальнейшего использования.

3.6 Определение общей массы твердых частиц (микропластика и природного материала)

- Взвесить 500 мл стакан вместе с содержащимися в нем твердыми частицами на аналитических весах с точностью 0.1 мг.
- Отнять от полученного значения массу стакана. Это масса микропластика и природного материала.

3.7 Жидкое окисление в перекиси водорода

- *Реакция очень бурная! Ознакомьтесь с правилами работы и техникой безопасности Вашей лаборатории перед проведением анализа.*
- Добавить 20 мл жидкого раствора 0.05 М Fe(II) в химический стакан с твердыми частицами (п. 3.6).
- Добавить 20 мл 30% перекиси водорода. *Внимание! Эта смесь может моментально вскипеть при нагревании выше 75 °С.*
- Дать смеси отстояться при комнатной температуре в течение 5 минут.
- Опустить магнит* магнитной мешалки в стакан и накрыть стакан часовым лабораторным стеклом.
- Нагреть до 75 °С на лабораторной плите.
- Как только на поверхности начнут наблюдаться пузырьки газа, снять стакан с плиты и поместить в лабораторный шкаф, пока кипение не прекратится. Если содержимое стакана будет переполнять его, нужно добавить дистиллированную воду для замедления реакции.
- Нагреть стакан до 75 °С и поддерживать температуру в течение еще 30 минут.
- Если все еще наблюдается природное органическое вещество, добавить еще 20 мл 30% перекиси водорода.
- Повторять, пока природное органическое вещество не перестанет наблюдаться.
- Добавить 6 г соли (NaCl) на каждые 20 мл пробы для увеличения плотности раствора.
- Нагреть раствор до 75 °С, пока соль не растворится.

* - ред.: магнит мешалки используется в качестве центра парообразования; можно использовать кусочек стеклянной палочки

3.8 Плотностное разделение

- Перенести раствор, полученный на шаге 3.7, в плотностной разделитель.
- Промыть химический стакан дистиллированной водой для перемещения всех частиц в плотностной разделитель.
- Слегка накрыть алюминиевой фольгой.
- Дать отстояться в течение ночи.
- Визуально осмотреть осевшие частицы на предмет нахождения среди них микропластика*. Если такие есть, то слить осадок из сепаратора и выбрать частицы микропластика с помощью пинцета.
- Удалить оставшийся осадок.
- Слить плавающие частицы из сепаратора через 0.3 мм сито.
- Промыть сепаратор дистиллированной водой, чтобы перенести все частицы на 0.3 мм сито.
- Высушить сито при комнатной температуре в течение 24 часов, слегка накрыв алюминиевой фольгой.

3.9 Анализ микропластика с помощью микроскопа

- Подписать и взвесить чистый и сухой бюкс с крышкой на аналитических весах.
- Используя микроскоп с увеличением 40X и пинцет, выбрать идентифицируемый микропластик с поверхности сита и поместить его в тарированный бюкс.

3.10 Гравиметрический анализ

- Взвесить бюкс с микропластиком на аналитических весах.
- Отнять от полученного значения массу бюкса. Полученный результат – масса микропластика.

Приложение. Указания и обсуждение.

Технические приемы.

Загрязнение проб

При отборе проб в полевых условиях и при их обработке в лаборатории следует избегать использования синтетической одежды, поскольку она может загрязнять пробы.

* - ред.: при использовании NaCl плотные пластики ($\rho > 1.2 \text{ г/см}^3$) определяются только невооруженным глазом.

Для большей информации насчет загрязнения проб см. [Woodall et al., 2015]. Также необходимо осматривать оборудование, изготовленное из пластика (сита, пробирки и т.д.) перед использованием на предмет наличия частиц микропластика. Сита должны промываться и подвергаться очистке в ультразвуковой ванне перед и после использования.

Указания для анализа микропластика с помощью микроскопа

При анализе проб из окружающей среды некоторые природные материалы могут быть ошибочно определены как пластик. Природный материал присущивует на стадии отбора пробы и остаётся на каждом из этапов обработки, и может внешне выглядеть как пластик. Таким материалом могут быть части травы, сосновые иголки, водоросли и кристаллы соли. Для исключения таких частиц рекомендуется сдать подозрительную частицу. Если она рассыпается или распадется на части, то это не пластик. Если частица сохраняет форму, то это пластик.

Пробы с большой массой органического вещества

Для уменьшения погрешности в пробах с высоким содержанием органического вещества (большое количество травы, сосновых иголок, дерева и т.д.) пробы нужно просеивать через 5 мм, 1 мм и 0.33 мм сита на начальных стадиях. Удалять материал больше 5 мм при необходимости. Обрабатывать материал с 1 мм и 0.33 мм сит по отдельности. По окончании анализа сложить результаты.

Длительность отбора проб с поверхности воды

Длительность сбора проб с поверхности воды стандартизирована и составляет 15 мин буксировки сети Манта. Время буксировки может быть уменьшено, если сетка забивается материалом (обычно при бурном цветении водорослей) или при большом количестве материала в сети (обычно плавающим мусором или морскими водорослями). Если сеть теряет свою способность к просеиванию или всплывает, нужно закончить буксировку и извлечь собранную пробу*.

Воспроизводимость результатов

Пробы воды. Погрешность анализа микропластика в пробах воды оценивалась с помощью полиэтиленовых гранул двух размерных групп. Были определены 95% гранул размером 1000 мкм и 60-85% гранул размером 300 мкм.

* - ред.: и записать общее время буксировки.

Пробы воды также были проверены на предмет обнаружения 3-х типов пластиковых гранул. Были определены 88% полиэтиленовых, 80% полипропиленовых и 92% ПВХ гранул.

Пробы донных отложений

Погрешность анализа микропластика в пробах донных отложений была оценена путем введения известной массы полиэтиленовых гранул, из которой 81% был определен.

ИК-Фурье анализ

Две природные пробы были проанализированы с использованием ИК-Фурье спектроскопии. Проба 1 содержала 219 частиц, проба 2 – 63 частицы. В пробе 1: 72% частиц были определены как полиэтилен, 18% как полипропилен, 2% как поливинилхлорид/полиэтиленовая смесь, 5% полистирол, 1% ПНД, 1% ПВД и 1% – неизвестных. В пробе 2 содержалось 64% частиц из полиэтилена, 15% из полипропилена, 3% из поливинилхлорида/полиэтиленовой смеси, 10% из поливинилхлорида, 2% из полиэтилена и 6% – неизвестных частиц. Таким образом, только 8 из 282 частиц не были определены как стандартные пластики с помощью ИК-Фурье спектроскопии.

Размерные единицы

Итоговым результатом этих методик является измеренная масса микропластика в исходном количестве вещества. В зависимости от целей исследования, могут быть полезны несколько различных размерностей.

Если Вы хотите понять, как концентрация микропластика соотносится с другим природным материалом в пределах определенной размерной группы, то можно посчитать отношение массы общего высушенного материала ($g_{\text{сух.вес}}$, г) к массе микропластика ($g_{\text{мп}}$, г) в пределах одной размерной группы:

$$[g_{\text{мп}}/g_{\text{сух.вес}}]$$

Если Вы хотите понять региональные или временные зависимости и провести их сравнение на разных точках отбора, это можно сделать, используя отношение

$$[g_{\text{мп}}/mL_{\text{матрицы}}]$$

где $mL_{\text{матрицы}}$ – объем матрицы* в мл (воды, песка или донных отложений), обработанный для получения пробы. Например, объем воды, профильтрованный через планктонную сетку, или объем осадка, взятого дночерпателем.

И если Вы хотите понять, как ваша проба соотносится с более ранними исследованиями, или как микропластик распределен на определенной территории, можно использовать отношение

$$[g_{\text{МП}}/m^2_{\text{матрицы}}]$$

где $m^2_{\text{матрицы}}$ – площадь отбора в m^2 , с которой была отобрана проба.

* - ред.: объем исходного вещества

Микропластик в морской среде: обзор методов, используемых для идентификации и количественного определения

Adapted with permission from Hidalgo-Ruz, V., L. Gutow, R.C. Thompson, M. Thiel, Microplastics in the marine environment: a review of the methods used for identification and quantification, Environ. Sci. Technol. 46 (2012) 3060-3075. Copyright 2012. American Chemical Society.

(перевод Зобкова М.Б.)

В этой обзорной статье проводится сравнение результатов 68 исследований, посвященных методологии идентификации и определения количества пластика в морской среде. Выделяется три основных стратегии отбора проб: выборочный, концентрирующий и полнообъемный. Большая часть проб осадков отбиралась на песчаных пляжах на высокой линии прилива, а подавляющее большинство микропластика из воды собрано с её поверхности нейстонными сетями. Обработку проб можно разделить на четыре этапа: плотностное разделение, фильтрация, просеивание и визуальная сортировка микропластика. Визуальная сортировка наиболее часто применяется для идентификации микропластика; учитывают тип, форму, степень разложения, цвет, используют также химические и физические характеристики (удельную плотность). Наиболее надежным способом идентификации пластика является определение его химического состава с помощью инфракрасной спектроскопии. Большинство исследователей отмечают, что большая часть пластиковых фрагментов состоит из полиэтилена и полипропилена. Наиболее часто встречаемая размерность количества микропластика в среде – частиц на м² для донных отложений и водной поверхности или частиц на м³, когда речь идет об отборе проб из толщи воды. Количество пластика зависит от размера ячеек сит и фильтров, используемых при отборе и обработке проб. Большинство исследователей выделяют две основных размерных группы частиц пластика: 500 мкм – 5 мм, которые получены с помощью 500 мкм сит/сеток и 1-500 мкм, или частицы, которые остаются на фильтрах. Мы* рекомендуем, чтобы будущие программы мониторинга продолжили использовать эти размерные группы, но мы также предлагаем стандартизировать процедуры отбора, что позволит провести пространственно-временное сравнение результатов различных исследований.

* - ред.: здесь и в дальнейшем переводданной статьи представлен в исходной форме повествования, т.е. подразумеваются авторы оригинальной статьи (Hidalgo-Ruz и др.).

Обсуждение методов измерения плотности неясных пластиков

Зобков М.Б.

Удельная плотность пластиковых частиц может значительно различаться в зависимости от типа полимера и технологического процесса его изготовления, что может быть использовано для предварительной идентификации частиц микропластика [Morét-Ferguson et al., 2010]. Также удельная плотность этих частиц является одной из основных физических характеристик, определяющих процесс их миграции в воде и длительность нахождения во взвешенном состоянии.

По данным авторов [Morét-Ferguson et al., 2010], удельные плотности частиц пластика, найденных в береговых отложениях, лучше соответствуют этим показателям для исходных полимеров, нежели находившихся в воде длительное время. По их мнению, данное отличие может быть следствием биообращения, однако нельзя исключать и сорбцию морской воды пластиками, которая может достигать 0.5% от общей массы, что в свою очередь может вызвать искажения в измеряемой плотности пластика методом, предложенным [Morét-Ferguson et al., 2010]. Поэтому можно рекомендовать перед проведением измерений проводить вымачивание частиц в дистиллированной воде с последующим высушиванием, следуя рекомендациям [ISO 4611:1999]. Кроме того, при определении результатов, желательно учитывать плотность воздуха, которая может вносить поправку от 0.2 до 0.05% в итоговый результат измерений [ISO 1183-1:2012]. Данный стандарт также устанавливает способ измерения плотности неясных пластиков титрометрическим методом, пригодным для применения к микрочастицам. Кроме более строгих условий, включающих термостатирование в водяной бане, стандарт предлагает использовать 13 готовых комбинаций жидкостей, которые можно использовать для измерения плотности пластиков, а также стандартизирует подход к состоянию нейтральной плавучести. Процедура заключается в том, что все пластики погружаются в наименее плотный раствор (например, этиловый спирт) и, по мере увеличения его плотности путем добавления более плотного (например, водного раствора $ZnCl_2$), всплывают, в то время как в методике Morét-Ferguson с соавторами – тяжелые пластики всплывают с повышением плотности воды, а легкие – тонут при её понижении. Кроме того, применяющееся в стандарте ISO 1183-1:2012 термостатирование позволяет ускорить процесс измерений путем построения градуировочной зависимости, связывающей плотность рабочего раствора с объемом добавляемого более плотного раствора ($ZnCl$), без необходимости проводить измерение плотности жидкости после каждой процедуры титрования. Применение более плотного раствора хлорида цинка является также

преимуществом данного подхода по сравнению с ГОСТ 15139-69, где предлагается использовать только дистиллированную воду и этиловый спирт, при этом диапазон измерений удельной плотности составляет лишь от 0.79 до 1.00 г/см³. Используя только два раствора с непрерывным изменением плотности от 0.79 до 1.7 г/см³, предлагаемое в ISO 1183-1:2012, можно рассчитывать, что при незначительном усовершенствовании технологии измерений станет возможным проводить определение удельной плотности сразу для большого количества частиц различной плотности, содержащихся в одной пробе микропластика, что и было подтверждено нашими экспериментами. При этом нужно отмечать плотность рабочего раствора в момент, когда плавучесть частицы в нем станет нейтральной, а затем продолжать титрование. Когда частица всплывет на поверхность, её нужно извлечь с помощью пинцета и положить в ранее помеченный контейнер. С оставшимися частицами поступать аналогичным образом, пока все из них не всплывут. Восстановление этанола можно провести путем его отгонки из рабочего раствора.

Подготовка образцов перед измерением плотности

В зависимости от конечных целей, которые преследуются при анализе удельной плотности частиц, пробоподготовка должна осуществляться различными способами.

За основу такой подготовки нами выбран стандарт ISO 4611:1999, в части, регламентирующей процедуру обработки образцов пластика после воздействия солевого раствора.

Если планируется определить кажущуюся плотность пластика, т.е. как отдельной частицы, охарактеризовать её движение или скорость оседания в воде, то пробоподготовка будет заключаться в термостатировании пробы при комнатной температуре и влажности, близкой к реальным условиям нахождения в природе. Таким образом, нужно полагать, что термостатирование должно выполняться в плотно закрытой емкости с некоторым количеством морской воды. Обращаясь к ISO 4611:1999, для такого термостатирования будет достаточно 4 часов. Непосредственно перед измерением частицы нужно промыть дистиллированной водой, для исключения влияния солевого раствора, остающегося на поверхности частицы, на результаты эксперимента.

Если целью измерений является измерение плотности пластика как чистого материала, то процедура пробоподготовки несколько усложняется. Во-первых, нужно провести очистку пластика от биологического материала, см. [Masura et al., 2015]. Во-вторых, из объема пластика необходимо извлечь морскую воду и реактивы, оставшиеся после предыдущего шага, имеющие плотность выше плотности дистиллированной воды и влияющие на результаты измерений. Для этого нужно выдержать частицы пластика в

дистиллированной воде в течение некоторого промежутка времени; обращаясь к ISO 4611:1999, можно предположить, что для этого будет достаточно 86 часов при нормальных условиях (23 ± 2 °C). Данный стандарт не устанавливает времени очистки пластика от солевого раствора, а только говорит о необходимости промывки образцов после воздействия, необходимость очистки здесь продиктована специфичностью практической реализации методики. После этого частицы должны быть высушены в сушильном шкафу при температуре 50 ± 2 °C в течение 24 часов, а затем приведены к нормальным условиям (23 ± 2 °C, в оксигаторе).

При разработке новых методик анализа микропластика в морской среде и связанных с этим натурных опытов и испытаний важно помнить, что пластики являются промышленными материалами, методы диагностики которых уже широко известны (Таблица). Эти методы с некоторыми изменениями могут быть усовершенствованы и реализованы для анализа микропластика. В некоторых стандартах описываются методики пробоподготовки, которые также могут быть использованы для обработки проб микропластика. Большинство из них представлено в таблице (Таблица).

Мы надеемся, что подготовленный нами материал поможет другим исследователям в решении задач оценки количества и динамики микропластика в морской среде и определении его роли в загрязнении Мирового океана.

Исследования проводятся при поддержке гранта РФФИ № 15-17-10020.

Таблица. Некоторые государственные и международные стандарты испытания полимеров

[Перечень стандартов РФ..., 2015]

Свойства полимера	Метод определения ГОСТ	Метод определения DIN или ISO
Метод изготовления образцов	ГОСТ 12019-66 Пластмассы. Изготовление образцов для испытаний для термопластов.	DIN EN ISO 293-2005 Пластмассы. Образцы для испытаний из термопластичных материалов, изготовленные методом прямого прессования DIN EN ISO 294-1,2,3,4,5-2006 Часть 1. Общие принципы и литые образцы многоцелевого назначения и образцы для испытаний на растяжение Часть 2. Образцы для испытания на растяжение небольших размеров Часть 3. Пластины небольших размеров Часть 4. Определение усадки при литье
Кондиционирование образцов	ГОСТ 12423-66 Пластмассы. Условия кондиционирования и испытания образцов (проб)	DIN EN ISO 291:2006 Пластмассы. Стандартные атмосферные условия для кондиционирования и испытаний.
Показатель текучести расплава	ГОСТ 11645-73 Пластмассы. Метод определения показателя текучести расплава термопластов	DIN EN ISO 1133:2005 Пластмассы. Определение индекса текучести расплава термопластов по массе (MFR) и по объему (MVR)
Плотность	ГОСТ 15139-69 Пластмассы. Методы определения плотности (объемной массы)	DIN EN ISO 1183-1:2004 Пластмассы. Метод определения плотности неясных пластмасс. Часть 1. Метод погружения, метод с применением жидкостного пикнометра и метод титрования.
Предел прочности и относительное удлинение при растяжении	ГОСТ 11262-80 Пластмассы. Метод испытания на растяжение	DIN EN ISO 527-2-1996 Пластмассы. Определение механических свойств при растяжении. Часть 2. Условия испытаний для литевых и экструзионных пластмасс DIN EN ISO 527-3-2003 Пластмассы- Определение механических свойств при растяжении – Часть 3: Условия испытания пленок и листов
Модуль упругости при изгибе	ГОСТ 9550-81 Пластмассы. Методы определения модуля упругости при растяжении, сжатии и изгибе. ГОСТ 4648-71 Пластмассы. Метод испытания на статический изгиб	DIN EN ISO 178:2006 Пластмассы. Определение свойств при изгибе
Стойкость к растрескиванию	ГОСТ 13518-68 Пластмассы. Метод определения стойкости полиэтилена к растрескиванию под напряжением	DIN EN ISO 22088-1,2,3,4-2006 Пластмассы. Определение устойчивости к растрескиванию под воздействием окружающей среды. Часть 1. Общее руководство. Часть 2. Метод с применением постоянной растягивающей нагрузки. Часть 3. Метод изогнутой полоски. Часть 4. Метод вдавливания шарика или булавки.

Таблица (продолжение). Некоторые государственные и международные стандарты
испытания полимеров [Перечень стандартов РФ..., 2015]

Свойства полимера	Метод определения ГОСТ	Метод определения DIN или ISO
Твердость	ГОСТ 4670-91 Пластмассы. Определение твердости. Метод вдавливания шарика. ГОСТ 24622-91 Пластмассы. Определение твердости по Роквеллу ГОСТ 24621-91 Пластмассы и эбонит. Определение твердости по Шору.	DIN EN ISO 2039-1,2:2003 Пластмассы. Определение твердости. Часть 1. Метод с применением шарикового индентора по Бринеллю Часть 2. Твердость по Роквеллу ISO 868:2003 Эбонит и пластмассы. Определение инденторной твердости с помощью дюрометра (твердость по Шору).
Ударная вязкость	ГОСТ 19109-84 (ссылки на ISO 180:1982). Пластмассы. Метод определения ударной вязкости по Изоду. ГОСТ 4647-80 Пластмассы. Метод определения ударной вязкости по Шарпи	DIN EN ISO 180-2007 Пластмассы. Определение ударной прочности по Изоду. DIN EN ISO 179-1-2006 Пластмассы. Определение ударной прочности по Шарпи. Часть 1. Неинструментальный метод испытания на удар DIN EN ISO 179-2-2000 Часть 2. Испытание на удар с приборами.
Температура хрупкости	ГОСТ 16782-92 Пластмассы. Метод определения температуры хрупкости при ударе	ISO 974:2000 Пластмассы. Определение температуры хрупкости при ударе
Температура размягчения по Вика	ГОСТ 15088-83 Пластмассы. Метод определения температуры размягчения термопластов по Вика	DIN EN ISO 306:2004 Пластмассы. Термопластичные материалы. Определение температуры размягчения по Вика
Определение водопоглощения	ГОСТ 4650-80 Пластмассы. Метод определения водопоглощения.	DIN EN ISO 62-2000 Пластмассы. Определение водопоглощения.
Определение содержания воды	ГОСТ 11736-78 Пластмассы. Метод определения содержания воды.	DIN EN ISO 15512:2004 Пластмассы. Определение содержания воды.
Стойкость к термоокислительному старению		DIN 53383-2-1983 Полиэтилен высокой плотности. Определение устойчивости к окислению методом старения в печи. DIN EN ISO 4577-1999 Пластмассы. Полипропилен и сополимеры пропилена. Определение термоокислительной стабильности на воздухе. Метод с применением печи
Удельный вес	ГОСТ 15139-69 Пластмассы. Методы определения плотности (объемной массы)	DIN EN ISO 1183-1:2004 Пластмассы. Метод определения плотности неясчатых пластмасс. Часть 1. Метод погружения, метод с применением жидкостного пикнометра и метод титрования. DIN EN ISO 1183-2-2004 Пластмассы. Методы определения плотности непористых пластмасс. Часть 2. Определение плотности с помощью градиентной колонки

Метод анализа микропластика в пробах воды для проекта MARBLE

Зобков М.Б., Есюкова Е.Е.

Этот метод применим для анализа микропластика как взвешенного вещества в пробах воды, сконцентрированных в полевых или лабораторных условиях. Формы пластика, определяемые этим методом: твердые и мягкие пластики, пленки, лески, волокна, листы.

Метод состоит в фильтровании взвеси, собранной с помощью нейстонной сети, через 5.0 мм и 0.175 мм сита для отбора материала нужной размерной группы. Производится измерение наблюдаемой в природе удельной плотности некоторых частиц титрометрическим методом. Весь собранный материал подвергается мокрому окислению в среде перекиси водорода в присутствии катализатора – Fe(II) для растворения лабильного органического вещества. Оставшиеся нерастворенные частицы подвергаются плотностному разделению в растворе $ZnCl_2$ для отделения минерализованных биологических остатков. После сепарации частицы пластика собираются на 0.175 мм фильтр, сушатся, пластик отделяется с помощью микроскопа и взвешивается для определения его концентрации.

Метод применим для определения количества, массы и удельной плотности многих пластиков от 0.8 до 1.5 г/см³, включая полиэтилен (0.91-0.97 г/см³), полипропилен (0.94 г/см³), поливинилхлорид (1.4 г/см³) и полистирол (1.05 г/см³).

Этим методом частицы определяются как микропластик, если они имеют размер от 0.5 до 5 мм, не подвержены разложению в среде перекиси водорода, проходят флотацию в растворе $ZnCl_2$ с плотность 1.5 г/см³ и визуальный микроскопический контроль при 40X увеличении.

1.1. Оборудование и материалы

- Лабораторный журнал регистрации проб
- Лабораторный журнал измерения плотности
- Лабораторный журнал измерения массы микропластика
- Лабораторный журнал измерения размеров микропластика
- Сита из нержавеющей стали диаметром 20 см и глубиной 5 см каждое. Размер ячеек: 5 мм и 0.175 мм
- Шприцовка с дистиллированной водой
- Лабораторный стакан 500 мл
- Аналитические весы (до 0.1 мг)

- Металлическая лопаточка
- Сушильный шкаф (90 °С)
- Раствор Fe(II) (0.05 М молярный) готовится добавлением 7.5 г FeSO₄*7H₂O (конц. 278.05 г/моль) к 500 мл дистиллированной воды и 3 мл концентрированной серной кислоты

- 30% раствор перекиси водорода
- Магнитная мешалка
- Лабораторная электрическая плитка (водяная баня с электронным управлением)
- Стекло часовое лабораторное
- Раствор хлорида цинка с плотностью 1.5 г/см³. Готовится растворением 200 г сухого ZnCl₂ в 200 мл дистиллированной воды. Раствор можно использовать повторно
- Металлический пинцет
- Плотностной разделитель, собранный из: стеклянной воронки (200-250 мл) с надетой снизу латексной трубкой, пережатой зажимом
- Штатив
- Зажим химический длиной 5 см.
- Алюминиевая фольга
- Воронка 100 мл
- Круглый отрезок синтетической сетки с ячейей 0.175 мм, диаметром 200 мм, края сетки должны быть обшиты (оверлочены) – 3 шт/пробу
- Стеклянные бюксы 15×20 мм малые – 2 шт/пробу, и большие 15×40 мм, 1 шт/пробу
- Стереомикроскоп с увеличением 40X.

Для измерения плотности частиц

- Бюретка объемом 50 мл
- Бюретка объемом 10 мл
- Штатив
- Держатель для двух бюреток
- Высокий лабораторный стакан или широкий цилиндр объемом 100 мл
- Этиловый спирт 30 мл
- Раствор ZnCl₂ с плотностью 1.80 г/см³ – 80 мл. Готовится растворением 375 г сухого ZnCl₂ в 200 мл дистиллированной воды
- Мешалка магнитная или палочка (лопатка) стеклянная

- Пипетка Мора 1-го класса точности, объемом 1 мл или автоматическая пипетка фиксированного объема 1000 мкл

- Керосин – 1 мл.

1.2. При поступлении пробы микропластика в лабораторном журнале регистрации проб делается запись, содержащая следующую информацию:

- *Дата поступления*
- *Номер пробы*
- *ФИО пробоотборщика*
- *Тип пробы.*

Кроме этого в журнале предусматривается место для записи следующей информации о:

- *Выполнении сортировки проб*
- *Выполнении измерений плотности частиц*
- *Выполнении измерений размеров частиц*
- *Выполнении измерений массы частиц*

Данные о дате, месте отбора пробы, типе пробы, географических координатах, методах отбора и других важных её характеристиках (объеме пропущенной через сеть воды, количестве отборов дночерпателем, их типе, площади отбора и др.) заносятся в личный полевой дневник пробоотборщика.

1.3. Сырое просеивание

- Пропустить пробу через установленные друг над другом 5 мм и 0.175 мм нержавеющей сита.

- Ополоснуть емкость из-под пробы из шприцовки, чтобы перенести все остающиеся в ней твердые частицы на сита, и промыть их от соли.

- Хорошо промыть сита дистиллированной водой. Убедиться, что весь материал был хорошо промыт, отсортирован, а вода стекла.

- Удалить материал, оставшийся на верхнем сите.

1.4. Перемещение твердых частиц

- С нижнего сита выбрать частицы размером от 1 мм до 5 мм, однозначно идентифицируемые как пластик визуальным способом. При необходимости использовать

микроскоп или лупу. В качестве микропластика на этом этапе отбираются следующие частицы:

- 1) Клеточная структура и другие органические формы у частиц отсутствуют.
- 2) Волокна должны иметь равномерную окраску и толщину по всей длине.
- 3) Частицы должны иметь чистый и равномерный цвет.

4) Частицы должны иметь цвет, отличный от белого, черного и прозрачного.

- При отборе частицы помещаются в предварительно подписанный номером пробы бюкс №1 (малый, 15×20 мм). Добавить в бюкс морскую воду, она должна полностью покрыть частицы. Поместить бюкс в холодильник. Для этих частиц будет проводиться измерение удельной плотности, наблюдаемой в морской среде.

- Подписать номером пробы второй стеклянный бюкс (№2, большой, 40×20 мм)
- Оставшиеся на сите частицы с помощью металлической лопатки перенести в стеклянный бюкс №2.

- Смыть с перевернутого сита в широкий лабораторный стакан объемом 800 мл оставшиеся на нем частицы с помощью шприцовки с дистиллированной водой. Количество воды должно быть минимальным.

- Из стакана частицы с водой перелить в бюкс №2 (большой), стакан промыть при необходимости.

- Убедиться, что все частицы перенесены в бюкс №2 (большой).

- Поместить второй бюкс в холодильник. В журнале регистрации проб сделать запись о сортировке пробы.

Измерение удельной плотности

Измерения производятся для частиц, помещенных в бюкс №1 (малый), при условии нахождения записи о сортировке проб в лабораторном журнале.

- В лабораторный стакан (или цилиндр) объемом 100 мл налить 30 мл этилового спирта.

- Путем перелива или с помощью пинцета перенести частицы из бюкса №1 в лабораторный стакан (цилиндр) объемом 100 мл.

- Частицы должны погрузиться на дно, не имея пузырьков на своей поверхности. Если на поверхности частиц образовались пузырьки воздуха – перемешать раствор стеклянной палочкой (лопаткой).

- Поместить в стакан магнит магнитной мешалки.

- Установить магнитную мешалку под бюретками, поставить на неё стакан.

- По несколько капель добавлять раствор из 25 мл бюретки в стакан.
- Включить магнитную мешалку. Мешать в течение 30 секунд. Выключить.
- Допускается использовать для перемешивания стеклянную лопатку или палочку.

При этом держать лопатку вертикально, не создавая пузырьков воздуха.

• После каждой процедуры добавления осматривать поведение образцов. Вначале они будут быстро оседать на дно, но по мере увеличения плотности раствора скорость осаждения будет замедляться. После этого более плотный раствор добавлять нужно по 0,05 мл из 10 мл бюретки.

• Когда первая частица перестанет осаждаться и будет находиться во взвешенном состоянии в объеме жидкости в течение 1 минуты после перемешивания, нужно провести измерение плотности раствора. Для этого с помощью автоматической пипетки отобрать 1 мл раствора и перенести его в предварительно оттарированный и находящийся на аналитических весах бюкс. Перед тарированием добавить в бюкс 1 мл керосина. Это позволит уменьшить испарение спирта при измерениях.

Произвести измерение. Записать результаты в журнал измерения плотности.

Продолжить титрование до всплытия первой частицы или достижения нейтральной плавучести следующей. В первом случае всплывшая частица переносится в бюкс №2 (большой) с помощью пинцета. Во втором производится измерение плотности раствора. При этом бюкс тарируется вместе с уже содержащимся в нем раствором.

• Измерения продолжаются пока все частицы не всплывут и не будут перенесены в бюкс №2. Для достижения рабочим раствором плотности 1.5 г/мл требуется примерно 70 мл раствора $ZnCl_2$ с плотностью 1.8 г/мл.

• После окончания измерений рабочий раствор сливается в стеклянную банку с надписью «Слив» с плотной пробкой. В дальнейшем этиловый спирт может быть восстановлен из раствора путем отгонки, а соль выкристаллизована.

- В журнале регистрации проб делается запись об измерении плотности пробы.

1.5. Жидкое окисление в перекиси водорода

• Жидкое окисление проводится для частиц, содержащихся в бюксе №2.

• *Реакция очень бурная! Ознакомьтесь с правилами работы и техникой безопасности Вашей лаборатории перед проведением анализа.*

• Перенести частицы из бюкса №2 в химический стакан объемом 600 мл с помощью металлической лопатки или путем их смыва дистиллированной водой с использованием шприцовки.

- Добавить в стакан 25 мл жидкого раствора 0.05 М Fe(II) с помощью пипетки Мора.

- Добавить 25 мл 30% перекиси водорода с помощью другой пипетки Мора.

Пипетки, используемые для каждого из растворов, должны быть подписаны.

Внимание! Эта смесь может моментально вскипеть при нагревании выше 75°C.

- Дать смеси отстояться при комнатной температуре в течение 5 минут.

- Опустить магнит магнитной мешалки или кусочек стеклянной палочки в стакан и накрыть стакан часовым лабораторным стеклом (магнит или палочка используются в качестве центра парообразования).

- Нагреть до 70 °C на водяной бане (установить требуемое значение на дисплее водяной бани).

- Контролировать процесс кипения; если содержимое стакана будет его переполнять, нужно добавить дистиллированную воду для замедления реакции.

- Если после завершения реакции все еще наблюдается природное органическое вещество, добавить еще 25 мл 30% перекиси водорода.

- Повторять, пока природное органическое вещество не перестанет наблюдаться.

- Поместить круглую сетку с ячейей 0.175 мм в 100 мл воронку, установить воронку на штатив. Слить содержимое стакана через сетку.

- Перенести оставшиеся на сетке частицы в плотностной разделитель, смыв их с сетки с помощью шприцовки с раствором ZnCl₂.

- Промыть лабораторный стакан раствором ZnCl₂ для перемещения всех оставшихся твердых частиц в плотностной разделитель. При необходимости добавить в разделитель раствор ZnCl₂. Накрыть разделитель алюминиевой фольгой.

- Дать отстояться в течение ночи.

- Слить осадок через сито с ячейей 0.175 мм, ослабив зажим на трубке разделителя.

Осадок утилизировать, раствор перелить в бутылку с надписью «Слив».

- Слить оставшийся в воронке сепаратора раствор через сетку 0.175 мм, установленную на 100 мл воронке. Промыть сепаратор дистиллированной водой несколько раз, чтобы удостовериться, что все твердые частицы перенесены на сито.

Раствор перелить в бутылку с надписью «Слив», при накоплении раствора отфильтровать его для повторного использования.

- Свернуть сетку, обильно промыть дистиллированной водой. При необходимости замочить в чашке Петри с дистиллированной водой в течение суток.

- Высушить сито в сушильном шкафу при температуре 50 °С в течение 8 часов или при комнатной температуре в течение 24 часов. В обоих случаях нужно накрыть сито алюминиевой фольгой с мелкими отверстиями.

1.6. Анализ микропластика с помощью микроскопа

- Подписать номером пробы и взвесить чистый и сухой бюкс №3 (малый, 15×20 мм) вместе с крышкой на аналитических весах. Записать результат в журнал измерения массы микропластика.

- Используя микроскоп с увеличением 40X и пинцет, выбрать идентифицируемый микропластик с поверхности сита, провести измерение размера и типа пластиковой частицы. Измерения проводятся с помощью цифрового штангенциркуля или по размерной шкале микроскопа. Занести результаты измерений в журнал измерений размеров частиц микропластика. Поместить частицу в бюкс №3. При измерении с помощью микроскопа необходимо провести его калибровку в соответствии с инструкцией.

- В качестве микропластика на этом этапе отбираются следующие частицы [Norén, 2007]:

- 1) Клеточная структура и другие органические формы у частиц отсутствуют.

- 2) Волокна должны иметь равномерную окраску и толщину по всей длине.

- 3) Частицы должны иметь чистый и равномерный цвет.

- 4) Если они прозрачны или имеют белый цвет, то их необходимо рассматривать под большим увеличением с использованием флуоресцентного микроскопа или флуоресцентной подсветки.

- Сделать запись об измерении размеров частиц в журнале регистрации проб.

1.7. Гравиметрический анализ

- Взвесить бюкс №3 с микропластиком и крышкой на аналитических весах. Занести результат в журнал измерения массы микропластика.

- Отнять от полученного значения массу бюкса. Полученный результат – масса микропластика. Занести полученное значение в журнал измерения массы микропластика.

- Сделать запись об измерении массы микропластика в журнале регистрации проб.

Лабораторный журнал регистрации проб

<i>Номер пробы</i>	<i>Дата поступления</i>	<i>Тип пробы</i>	<i>ФИО пробоотборщика</i>	<i>Сортировка проб</i> ФИО исполнителя, ✓выполнена удачно ✗не удалось выполнить Пустое, если еще не выполнялась	<i>Измерений плотности частиц</i> ✓выполнена удачно ✗не удалось выполнить Пустое, если еще не выполнялась	<i>Измерение размеров частиц</i> ✓выполнена удачно ✗не удалось выполнить Пустое, если еще не выполнялась	<i>измерений массы частиц</i> ✓выполнена удачно ✗не удалось выполнить Пустое, если еще не выполнялась
MRB1	15.11.2015	<i>напр. водный столб</i>	Зобков М.Б.				
MRB2	15.11.2015	<i>напр. пляж</i>	Зобков М.Б.				
....							

Лабораторный журнал измерения плотности

<i>Дата обработки</i>	<i>Номер пробы</i>	<i>Количество частиц в бюксе №2</i>	<i>Удельные плотности частиц, г/см³</i>	<i>Для заметок</i>
15.11.2015	MRB1	5	0.8/0.85/0.92/0.98/1.30	
...				
<i>Анализ выполнил ФИО _____ / _____ подпись</i>				

Лабораторный журнал измерения массы микропластика

<i>Дата обработки</i>	<i>Номер пробы</i>	<i>Масса пустого бюкса №3, г</i>	<i>Масса бюкса №3 с частицами, г</i>	<i>Масса микропластика, г</i>	<i>Для заметок</i>
15.11.2015	MRB1	3.12345	7.54321	4.41976	
...					
<i>Анализ выполнил ФИО _____ / _____ подпись</i>					

Лабораторный журнал измерения размеров микропластика

<i>Дата обработки</i>	<i>Номер пробы</i>	<i>Количество частиц в бюксе №3</i>	<i>Размеры частиц по типам, мм</i>		<i>Для заметок</i>
15.11.2015	MRB1	15	Гранулы (pellets)	0.56/0.78/1.4/4.6/3.5.....	
			Листы (sheets)	0.56/0.78/1.4/4.6/3.5.....	
			Волокна (fibers)	0.56/0.78/1.4/4.6/3.5.....	
			Осколки (fragments)	0.56/0.78/1.4/4.6/3.5	
...					
<i>Анализ выполнил ФИО _____ / _____ подпись</i>					

**Основные библиографические источники, касающиеся обнаружения микропластика
в окружающей среде**

- Abu-Hilal A. H., Al-Najjar T. H.* Plastic pellets on the beaches of the northern Gulf of Aqaba, Red Sea // *Aquat. Ecosyst. Health Manage.* 2009. V. 12. P. 461–470.
- Aloy A. B., Vallejo B. M. Jr., Juinio-Meñez M. A.* Increased plastic litter cover affects the foraging activity of the sandy intertidal gastropod *Nassarius pullus* // *Mar. Pollut. Bull.* 2011. V. 62. P. 1772–1779.
- Andrady A. L.* Microplastics in the marine environment // *Mar. Pollut. Bull.* 2011. V. 62. P. 1596–1605.
- Andrady A. L., Hamid S. H., Hu X., Torikai A.* Effects of increased solar ultraviolet radiation on materials // *J. Photochem. Photobiol., B.* 1998. V. 46. P. 96–103.
- Andrady A. L., Pegram J. E., Song Y.* Studies on enhanced degradable plastics. II. Weathering of enhanced photodegradable polyethylenes under marine and freshwater floating exposure // *J. Environ. Polymer Degrad.* 1993. V. 1. P. 117–126.
- Arthur C., Baker J., Bamford H.* (Eds.). Proceedings of the International Research Workshop on the Occurrence, Effects and Fate of Microplastic Marine Debris. Sept 9-11, 2008. NOAA Technical Memorandum NOS-OR&R-30. 2009. 49 pp.
- Ashton K., Holmes L., Turner A.* Association of metals with plastic production pellets in the marine environment // *Mar. Pollut. Bull.* 2010. V. 60. P. 2050–2055.
- Austin H. M., Stoops-Glass P. M.* The distribution of polystyrene spheres and nibs in Block Island Sound during 1972–1973 // *Chesapeake Sci.* 1977. V. 18 P. 89–91.
- Azzarello M. Y., Van Vleet E. S.* Marine birds and plastic pollution // *Mar. Ecol. Prog. Ser.* 1987. V. 37. P. 230–295.
- Barnes D. K. A.* Invasions by marine life on plastic debris // *Nature.* 2002. V. 416. P. 808–809.
- Barnes D. K. A., Galgani F., Thompson R. C., Barlaz M.* Accumulation and fragmentation of plastic debris in global environments // *Philosophical Transactions of the Royal Society B: Biological Sciences.* 2009. V. 364. P. 1985–1998.
- Betts K.* Why small plastic particles may pose a big problem in the oceans // *Environmental Science & Technology.* 2008. V. 42. P. 8995.
- Boerger C. M., Lattin G. L., Moore S. L., Moore C. J.* Plastic ingestion by planktivorous fishes in the North Pacific Central Gyre // *Mar. Pollut. Bull.* 2010. V. 60. P. 2275–2278.
- Browne M. A., Crump P., Niven S. J., Teuten E. L., Tonkin A., Galloway T., Thompson R. C.* Accumulations of microplastic on shorelines worldwide: sources and sinks // *Environ. Sci. Technol.* 2011 V. 45. P. 9175–9179.
- Browne M. A., Dissanayake A., Galloway T. S., Lowe D. M., Thompson R. C.* Ingested microscopic plastic translocates to the circulatory system of the mussel, *M. edulis* (L.) // *Environ. Sci. Technol.* 2008. V. 42. P. 5026–5031.
- Browne M. A., Galloway T. S., Thompson R. C.* Spatial patterns of plastic debris along estuarine shorelines // *Environ. Sci. Technol.* 2010. V. 44. P. 3404–3409.
- Browne M. A., Galloway T., Thompson R.* Microplastic – an emerging contaminant of potential concern? // *Integrated Environmental Assessment and Management.* 2007. V. 3. P. 559–561.

- Camenen B.* Simple and general formula for the settling velocity of particles // *Journal of Hydraulic Engineering*. 2007. V. 133 (2). P. 229–233.
- Cardarelli Franço* is *Materials Hand book: A Concise Desktop Reference*. Springer Science & Business Media. 2008. P. 1173.
- Carlson D. J., Cantey J. L., Cullen J. J.* Description of and results from a new surface microlayer sampling device // *DeepSea Res.* 1988. V. 35 (7). P. 1205–1213.
- Carpenter E. J., Anderson S. J., Harvey G. R., Miklas H. P., Peck B. B.* Polystyrene spherules in coastal waters // *Science*. 1972. V. 17. P. 749–750.
- Carpenter E. J., Smith K. L.* Plastics on the Sargasso Sea surface // *Science*. 1972. V. 175. P. 1240–1241.
- Carson H. S., Colbert S. L., Kaylor M. J., McDermid K. J.* Small plastic debris changes water movement and heat transfer through beach sediments // *Mar. Pollut. Bull.* 2011. V. 62. P. 1708–1713.
- Castañeda R. A., Avlijas S., Simard M. A., Ricciardi A.* Microplastic pollution in St/Lawrence River Sediments // *Can. J. Fish. Aquat. Sci.* 2014. V. 71. P. 1767–1771. [dx.doi.org/10.1139/cjfas-2014-0281](https://doi.org/10.1139/cjfas-2014-0281)
- Cauwenberghe L. V., Claessens M., Vandegheuchte M. B., Mees J., Janssen C. R.* Assessment of marine debris on the Belgium continental shelf // *Mar. Pollut. Bull.* 2013. V. 73. P. 161–169.
- Cauwenberghe L. V., Vanreusel A., Mees J., Janssen C. R.* Microplastic pollution in deep-sea sediments // *Environ. Pollut.* 2013. V. 182. P. 495–499.
- Cincinelli A., Stortini A. M., Perugini M., Checchini L., Lepri L.* Organic pollutants in sea-surface microlayer and aerosol in the coastal environment of Leghorn–(Tyrrhenian Sea) // *Mar. Chem.* 2001. V. 76. P. 77–98. doi: 10.1016/S0304-4203(01)00049-4.
- Claessens M., Cauwenberghe L. V., Vandegheuchte M. B., Janssen C. R.* New techniques for the detection of microplastics in sediments and field collected organisms // *Mar. Pollut. Bull.* 2013. V. 70. P. 227–233.
- Claessens M., Meester S. D., Landuyt L. V., Clerck K. D., Janssen C. R.* Occurrence and distribution of microplastics in marine sediments along the Belgian coast // *Mar. Pollut. Bull.* 2011. V. 62. P. 2199–2204.
- Clark R. B.* *Marine Pollution*. 1997. Clarendon Press, Oxford.
- Cole M., Lindeque P., Halsband C., Galloway T. S.* Microplastics as contaminants in the marine environment: A review // *Mar. Pollut. Bull.* 2011. V. 62. P. 2588–2597.
- Cole M., Webb H., Lindeque P. K., Fileman E. S., Halsband C., Galloway T. S.* Isolation of microplastics in biota-rich seawater samples and marine organisms // *Sci. Rep.* 4 (4528). 2014. DOI:10.1038/srep04528
- Collignon A., Hecq J.-H., Glagani F., Voisin P., Collard F., Goffart A.* Neustonic microplastic and zooplankton in the North Western Mediterranean Sea // *Mar. Pollut. Bull.* 2012. V. 64. P. 861–864.
- Colton J. B., Burns B. R., Knapp F. D.* Plastic particles in surface waters of the northwestern Atlantic // *Science*. 1974. V. 185. P. 491–497.
- Cooper D. A., Corcoran P. L.* Effects of mechanical and chemical processes on the degradation of plastic beach debris on the island of Kauai, Hawaii // *Mar. Pollut. Bull.* 2010. V. 60. P. 650–654.

- Cooper D. A.* Effects of Chemical and Mechanical Weathering Processes on the Degradation of Plastic Debris on Marine Beaches // Electronic Thesis and Dissertation Repository. 2012. Paper 371. 219 pp. (<http://ir.lib.uwo.ca/cgi/viewcontent.cgi?article=1539&context=etd>)
- Corcoran P. L., Biesinger M. C., Grifi M.* Plastics and beaches: a degrading relationship // *Mar. Pollut. Bull.* 2009. V. 58. P. 80–84.
- Costa M. F., Ivar do Sul J. A., Silva-Cavalcanti J. S., Araújo M. C. B.; Spengler A., Tourinho P. S.* On the importance of size of plastic fragments and pellets on the strandline: a snapshot of a Brazilian beach // *Environ. Monit. Assess.* 2010. V. 168. P. 299–304.
- Costa M. F., Silva-Cavalcanti J. S., Barletta M.* Plastics buried in the inter-tidal plain of an estuarine system. *Journal of Coastal Research*, SI 64 (Proceedings of the 11th International Coastal Symposium). 2011. P. 339-343. Szczecin, Poland. ISSN 0749-0208.
- Daumas R., Laborde P. L., Marty J. C., Saliot A.* Influence of sampling method on the chemical composition of water surface films // *Limnol. Oceanogr.* 1976. V. 21. P. 319-326.
- Davison P., Asch R. G.* Plastic ingestion by mesopelagic fishes in the North Pacific Subtropical Gyre // *Mar. Ecol.: Prog. Ser.* 2011. V. 432. P.173–180.
- Dekiff J. H., Remy D., Klasmeier J., Fries E.* Occurrence and spatial distribution of microplastics in sediments from Norderney // *Environ. Pollut.* 2014. V. 186. P. 248-256.
- Depledge M. H., Galgani F., Panti C., Caliani I., Casini S., Fossi M. C.* Plastic litter in the sea // *Mar. Environ. Res.* 2013. V. 92. P. 279–281.
- Derraik J. G. B.* The pollution of the marine environment by plastic debris: a review // *Mar. Pollut. Bull.* 2002. V. 44. P. 842–852.
- Desforges J.-P. W., Galbraith M., Dangerfield N., Ross P. S.* Widespread distribution of microplastics in subsurface seawater in the NE Pacific Ocean // *Mar. Pollut. Bull.* 2014. V. 79. P. 94-99.
- Doyle M. J., Watson W., Bowlin N. M., Sheavly S. B.* Plastic particles in coastal pelagic ecosystems of the Northeast Pacific ocean // *Mar. Environ. Res.* 2011. V. 71. P. 41–52.
- Dubaish F., Liebezeit G.* Suspended microplastics and black carbon particles in the jade system, Southern North sea // *Water Air Soil Poll.* 2013. V. 224. P. 1–8.
- Eerkes-Medrano D., Thompson R. C., Aldridge D. C.* Microplastics in freshwater systems: A review of the emerging threats, identification of knowledge gaps and prioritisation of research needs // *Water Res.* 2015. V. 75. P. 63-82. doi: 10.1016/j.watres.2015.02.012.
- Endo S., Takizawa R., Okuda K., Takada H., Chiba K. Kanehiro H., Ogi H., Yamashita R., Date T.* Concentration of polychlorinated biphenyls (PCBs) in beached resin pellets: variability among individual particles and regional differences // *Mar. Pollut. Bull.* 2005. V. 50. P. 1103–1114.
- Eriksen M., Lebreton L. C. M., Carson H. S., Thiel M., Moore C. J., Borerro J. C., et al.* Plastic Pollution in the World's Oceans: More than 5 Trillion Plastic Pieces Weighing over 250,000 Tons Afloat at Sea // *PLoS ONE.* 2014. 9(12): e111913. doi:10.1371/journal.pone.0111913 (<http://journals.plos.org/plosone/article?id=10.1371/journal.pone.0111913>)
- Eriksen M., Mason S., Wilson S., Box C., Zellers A., Edwards W., Farley H., Amato S.* Microplastic pollution in the surface waters of the Laurentian Great Lakes // *Mar. Pollut. Bull.* 2013. V. 77. P. 177–182.
- Eriksen M., Maximenko N., Thiel M., Cummins A., Lattin G., Wilson S., et al.* Plastic pollution in the South Pacific subtropical gyre // *Mar. Pollut. Bull.* 2013. V. 68(1–2). P. 71–76.

- Eriksson C., Burton H.* Origins and biological accumulation of small plastic particles in fur seals from Macquarie Island // *Ambio*. 2003. V. 32. P. 380–384.
- Farrell P., Nelson K.* Trophic level transfer of microplastic: *Mytilusedulis* (L.) to *Carcinusmaenas* (L.) // *Environmental Pollution*. 2013. V. 177. P. 1–3.
- Fendall L. S., Sewell M. A.* Contributing to marine pollution by washing your face: Microplastic in facial cleansers // *Mar. Pollut. Bull.* 2009. V. 58. P. 1255–1228.
- Fendall L.S., Sewell M.A.* Contributing to marine pollution by washing your face: Microplastic in facial cleansers // *Mar. Pollut. Bull.* 2009. V. 58. P. 1255–1228.
- Fernandino G., Elliff C. I., Silva I. R., Bittencourt A. C. S. P.* How many pellets are too many? The pellet pollution index as a tool to assess beach pollution by plastic resin pellets in Salvador, Bahia, Brazil // *Journal of Integrated Coastal Zone Management / Revista de Gestão Costeira Integrada*. 2015. V. 15(3). P. 325–332.
- Fisner M., Taniguchi S., Moreira F., Bicego M. C., Turra A.* Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in plastic pellets: Variability in the concentration and composition at different sediment depths in a sandy beach // *Mar. Pollut. Bull.* 2013. V. 70. P. 219–226.
- Frias J. P. G. L., Sobral P., Ferreira A. M.* Organic pollutants in microplastics from two beaches of the Portuguese coast // *Mar. Pollut. Bull.* 2010. V. 60. P. 1988–1992.
- Fries E., Dekiff J. H., Willmeyer J., Nuelle M. T., Ebert M., Remy D.* Identification of polymer types and additives in marine microplastic particles using pyrolysis-GC/MS and scanning electron microscopy // *Environ Sci Process Impacts*. 2013. V. 15(10). P. 1949–1956.
- Galgani F., Fleet D., Van Franeker J., Katsanevakis S., Maes T., Oosterbaan L., Poitou I., Hanke G., Thompson R., Amato E., Janssen C.* Marine Strategy Framework Directive Task Group 10 Report Marine litter, JRC Scientific and technical report, ICES/JRC/IFREMER Joint Report (no 31210 – 2009/2010). 2010. Editor: N. Zampoukas. 57 pp.
- Galgani F., Hanke G., Werner S., Piha H.* MSFD GES Technical Subgroup on Marine Litter. Technical Recommendations for the Implementation of MSFD Requirements. JRC Scientific and Technical Report. 2011. EUR 25009 EN – 2011. 93 pp.
- Galil B. S., Golik A., Türkay M.* Litter at the bottom of the sea: a sea bed survey in the Eastern Mediterranean // *Mar. Pollut. Bull.* 1995. V. 30. P. 22–24.
- Gasperi J., Dris R., Bonin T., Rocher V., Tassin B.* Assessment of floating plastic debris in surface water along the Seine River // *Environ. Pollut.* 2014. V. 195. P. 163–166.
- GESAMP (2010). Proceedings of the GESAMP International Workshop on plastic particles as a vector in transporting persistent, bio-accumulating and toxic substances in the oceans. Bowmer T., Kershaw P. J. 2010 (Eds.). GESAMP Rep. Stud. No. 82. 68 pp.
- GESAMP (2015). Sources, fate and effects of microplastics in the marine environment: a global assessment (Kershaw P. J., eds.). (IMO/FAO/UNESCO-IOC/UNIDO/WMO/IAEA/UN/UNEP/UNDP Joint Group of Experts on the Scientific Aspects of Marine Environmental Protection). Rep. Stud. GESAMP No. 90. 96 p.
- Gilfillan L. R., Ohman M. D., Doyle M. J., Watson W.* Occurrence of plastic micro-debris in the Southern California Current System // *CalCOFI Rep.* 2009. V. 50. P. 123–133.
- Gladyshev M. I.* Biophysics of the surface microlayer of aquatic ecosystems // IWA Publishing, London. 2002. 148 pp.

- Gouin T., Roche N., Lohmann R., Hodges G.* A thermodynamic approach for assessing the environmental exposure of chemicals absorbed to microplastic // *Environ. Sci. Technol.* 2011. V. 45. P. 1466–1472.
- Graham E., Thompson J.* Deposit- and suspension-feeding sea cucumbers (Echinodermata) ingest plastic fragments // *J. Exp. Mar. Biol. Ecol.* 2009. V. 368. P. 22–29.
- Gregory M. R.* Accumulation and distribution of virgin plastic granules on New Zealand beaches // *N. Z. J. Mar. Freshwater Res.* 1978. V. 12. P. 399–414.
- Gregory M. R.* Environmental implications of plastic debris in marine settings –entanglement, ingestion, smothering, hangers-on, hitch-hiking and alien invasions // *Philos. Trans. R. Soc., B.* 2009 V. 364. P. 2013–2025.
- Gregory M. R.* Virgin plastic granules on some beaches of Eastern Canada and Bermuda // *Mar. Environ. Res.* 1983. V. 10. P. 73–92.
- Gregory M. R., Johnston, K. A.* A nontoxic substitute for hazardous heavy liquids—aqueous sodium polytungstate ($3\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 9\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) solution (Note) // *New Zealand Journal of Geology and Geophysics.* 1987. V. 30(3). P. 317–320. doi:10.1080/00288306.1987.10552626
- Hanke G., Galgani F., Werner S., Oosterbaan L., Nilsson P., Fleet D., et al.* MSFD GES technical subgroup on marine litter. Guidance on monitoring of marine litter in European Seas. Luxembourg: Joint Research Centre–Institute for Environment and Sustainability, Publications Office of the European Union. 2013. 128 pp.
- Hardy J. T., Coley J. A., Antrin L. D., Kiesser S. L.* A hydrophobic large-volume sampler for collecting aquatic surface microlayers: characterization and comparison with the glass plate method // *Can. J. Fish. Aquat. Sci.* 1988. V. 45(5). P. 822–826.
- Harrison J. P., Ojeda J. J., Romero-González M. E.* The applicability of reflectance micro-Fourier-transform infrared spectroscopy for the detection of synthetic microplastics in marine sediments // *Sci. Total Environ.* 2012. V. 416. P. 455–463. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2011.11.078.
- Harrison J. P., Sapp M., Schratzberger M., Osborn A. M.* Interactions between microorganisms and marine microplastics: a call for research // *Mar. Technol. Soc. J.* 2011. V. 45. P. 12–20.
- Harvey G. W.* Microlayer collection from the sea surface. a new method and initial results // *Limnol Oceanogr.* 1966. V. 11. P. 608–613.
- Harvey G. W., Burzell L. A.* A simple microlayer method for small samples // *Limnol. Oceanogr.* 1972. V. 17. P. 156–157.
- 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. V. 46. P. 3060–3075.
- Hirai H., Takada H., Ogata Y., Yamashita R., Mizukawa K., Saha M., Kwan C., Moore C., Gray H., Laursen D., Zettler E. R., Farrington J. W., Reddy C. M., Peacock E. E., Ward M. W.* Organic micropollutants in marine plastics debris from the open ocean and remote and urban beaches // *Mar. Pollut. Bull.* 2011. V. 62. P. 1683–1692.
- Hopewell J., Dvorak R., Kosior E.* Plastics recycling: challenges and opportunities // *Phil. Trans. R. Soc. B.* 2009. V. 364. P. 2115–2126. (doi:10.1098/rstb.2008.0311)
- Huettel M., Rusch A.* Transport and degradation of phytoplankton in permeable sediment // *Limnol. Oceanogr.* 2000. V. 45. P. 534–549.

- Hunter K. A., Liss P. S.* Organic sea surface films / In Duursma E. K., Dawson R. [eds.]. Marine organic chemistry. Elsevier. Amsterdam.1981. p. 259–298.
- Ismail A., Adilah N. M. B., Nurulhudha M. J.* Plastic pellets along Kuala Selangor-Sepang coastline // *Malays. Appl. Biol.* 2009. V. 38. P. 85–88.
- ISO 1183–1:2012
- ISO 4611 : 1999
- ISWA2015 (*Borad-Patawari Surendra*. Challenges and opportunities in plastic recycling in the context of the circular economy). http://iswa2015.org/assets/files/downloads/borad-patawari_surendra.pdf
- Ivar do Sul J. A., Costa M. F.* Plastic pollution risks in an estuarine conservation unit /In: Conley D. C., Masselink G., Russell P. E., O’Hare T. J. (eds.). Proceedings 12th International Coastal Symposium (Plymouth, England). *Journal of Coastal Research*. 2013. Special Issue No. 65. P. 48–53, ISSN 0749-0208.
- Ivar do Sul J. A., Costa M. F., Barletta M., Cysneiros F. J. A.* Pelagic microplastics around an archipelago of the Equatorial Atlantic // *Mar. Pollut. Bull.* 2013. V. 75. P. 305–309.
- Ivar do Sul J. A., Spengler A. Costa M. F.* Here, there and everywhere. Small plastic fragments and pellets on beaches of Fernando de Noronha (Equatorial Western Atlantic) // *Mar. Pollut. Bull.* 2009. V. 58. P. 1236–1238.
- Ivar do Sul J.A., Costa M.F.* The present and future of microplastic pollution in the marine environment // *Environmental Pollution*. 2014. V. 185. P. 352–364.
- Jambeck J. R., Geyer R., Wilcox C., Siegler T. R., Perryman M., Andrady A., Narayan R., Law K. L.* Plastic waste inputs from land into the ocean // *Science*. 2015. V. 347 (6223). P. 768–771. DOI:10.1126/science.1260352.
- Kanehiro H., Tokai T., Matuda K.* Marine litter composition and distribution on the seabed of Tokyo Bay // *Fish. Eng.* 1995. V. 31. P. 195–199.
- Käppler A., Windrich F., Löder M. G. J., Malanin M., Fischer D., Labrenz M., Eichhorn K.-J., Voit B.* Identification of microplastics by FTIR and Raman microscopy: a novel silicon filter substrate opens the important spectral range below 1300 cm⁻¹ for FTIR transmission measurements // *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 2015. V. 407. P. 6791–6801. DOI 10.1007/s00216-015-8850-8
- Karapanagioti H. K., Klontza I.* Testing phenanthrene distribution properties of virgin plastic pellets and plastic eroded pellets found on Lesvos island beaches (Greece) // *Mar. Environ. Res.* 2008 V. 65. P. 283–290.
- Karapanagioti H. K., Ogata Y., Takada H.* Eroded plastic pellets as monitoring tools for polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH): Laboratory and field studies // *Global NEST Journal*. 2010. V. 12(3). P. 327–334.
- Kershaw P.J., Leslie H.* (eds.). GESAMP Working group 40 - Sources, fate & effects of microplastics in the marine environment – a global assessment: Report of the Inception Meeting, 13-15th March 2012, UNESCO-IOC. 2012. Paris. 45 pp.
- Klein S., Worch E., Knepper T. P.* Occurrence and spatial distribution of microplastics in river shore sediments of the Rhine-Main area in Germany // *Environ. Sci. Technol.* 2015. V. 49 (10). P. 6070–6076.
- Koelmans A. A.* ET&C perspectives // *Environ. Toxicol. Chem.* 2014. V. 33. P. 5–10.

- Kolb K. E., Kolb D. K.* Method for separating or identifying plastics // *J. Chem. Educ.* 1991. V. 68. P. 348–349.
- Kolomijeca A.* An autonomous sea going Raman/SERS instrument for in situ detection of chemicals in sea water // Ph.D. thesis. Technische Universität Berlin. 2013. 144 pp.
- Kuriyama Y., Konishi K., Kanehiro H., Otake C., Kanimura T., Mato Y., Takada H., Kojima A.* Plastic pellets in the marine environment of Tokyo Bay and Saganli Bay // *Nippon Suisan Gakkaishi*. 2002. V. 68. P. 164–171.
- Kusui T., Noda M.* International survey on the distribution of stranded and buried litter on beaches along the Sea of Japan // *Mar. Pollut. Bull.* 2003. V. 47. P. 175–179.
- Laist D. W.* Overview of the biological effects of lost and discarded plastic debris in the marine environment // *Mar. Pollut. Bull.* 1987. V. 18(6B). P. 319–326.
- Lattin G. L., Moore C. J., Zellers A. F., Moore S. L., Weisberg S. B.* A comparison of neustonic plastic and zooplankton at different depths near the southern California shore // *Mar. Pollut. Bull.* 2004. V. 49. P. 291–294.
- Law K. L., Morét-Ferguson S., Maximenko N. A., Proskurowski G., Peacock E. E., Hafner J., Reddy C. M.* Plastic accumulation in the North Atlantic subtropical gyre // *Science*. 2010. V. 329. P. 1185–1188.
- Law R. J., Brant J. L., Kirby M. F., Lee J. Morris D., Rees J.* Guidelines for the environmental monitoring and impact assessment associated with subsea oil releases and dispersant use in UK waters. Science Series Technical Report. Cefas, Lowestoft. 2014. 58 pp.
- Lee H., Shim W. J., Kwon J.-H.* Sorption capacity of plastic debris for hydrophobic organic chemicals // *Sci. Total Environ.* 2014. V. 470–471. P. 1545–1552.
- Lee J., Hong S., Jang Y. C., Lee M. J., Kang D., Shim W. J.* Finding solutions for the styrofoam buoy debris problem through participatory workshops // *Mar. Policy*. 2015. V. 51. P. 182–189.
- Lee J., Hong S., Song Y. K., Hong S. H., Jang Y. C., Jang M., Heo N. W., Han G. M., Lee M. J., Kang D., Shim W. J.* Relationships among the abundances of plastic debris in different size classes on beaches in South Korea // *Mar. Pollut. Bull.* 2013. V. 77. P. 349–354.
- Leichter J. J.* Investigating the accumulation of plastic debris in the North Pacific Gyre / In *Interdisciplinary Studies on Environmental Chemistry – Marine Environmental Modeling & Analysis*: Omori K., Guo X., Yoshie N., Fujii N., Handoh I. C., Isobe A., Tanabe S., (Eds.). TERRAPUB: Tokyo. 2011. P. 251–259.
- Lenz R., Enders K., Stedmon C. A., Mackenzie D. M., Nielsen T. G.* A critical assessment of visual identification of marine microplastic using Raman spectroscopy for analysis improvement // *Mar. Pollut. Bull.* 2015. V. 100(1). P. 82–91. <http://dx.doi.org/10.1016/j.marpolbul.2015.09.026>
- Leslie H. A., van Velzen M. J. M., Vethaak A. D.* Microplastic survey of the Dutch environment. Novel data set of microplastics in North Sea sediments, treated wastewater effluents and marine biota. Final report. IVM Institute for Environmental Studies. 2013. 30 pp.
- Liebezeit G., Dubaish F.* Microplastics in beaches of the East Frisian islands Spiekeroog and Kachelotplate // *Bull. Environ. Contam. Toxicol.* 2012. V. 89(1). P. 213–217.
- Liu X., Smith M. E., Tse S. D.* In situ Raman characterization of nanoparticle aerosols during flame synthesis // *Appl. Phys. B Lasers Opt.* 2010. V. 100(3). P. 643–653. <http://dx.doi.org/10.1007/s00340-010-4091-x>

- Lobelle D., Cunliffe M.* Early microbial biofilm formation on marine plastic debris // *Mar. Pollut. Bull.* 2011. V. 62. P. 197–200.
- Lusher A. L., Burke A., O'Connor I., Officer R.* Microplastic pollution in the Northeast Atlantic Ocean: Validated and opportunistic sampling // *Mar Pollut Bull.* 2014. V. 88(1–2). P. 325–33. doi: 10.1016/j.marpolbul.2014.08.023.
- Marine Anthropogenic Litter (2015) M. Bergmann, L. Gutow, M. Klages (Eds.). Springer. 447 p. ISBN 978-3-319-16509-7 ISBN 978-3-319-16510-3 (eBook) DOI 10.1007/978-3-319-16510-3
- Markwort L., Kip B.* Micro-Raman imaging of heterogeneous polymer systems: General applications and limitations // *J. Appl. Polym. Sci.* 1996. V. 61. P. 231–254.
- Martinez E., Maamaatuaiahutapu K., Taillandier V.* Floating marine debris surface drift: convergence and accumulation toward the South Pacific subtropical gyre // *Mar. Pollut. Bull.* 2009. V. 58. P. 1347–1355.
- Martins J., Sobral P.* Plastic marine debris on the Portuguese coastline: A matter of size? // *Mar. Pollut. Bull.* 2011. V. 62. P. 2649–2653.
- Masura J., Baker J., Foster G., Arthur C.* Laboratory methods for the analysis of microplastics in the marine environment: recommendations for quantifying synthetic particles in waters and sediments. NOAA Technical Memorandum NOS-OR&R-48. 2015. 31 pp.
- Mato Y., Isobe T., Takada H., Kahnehiro H., Ohtake Ch., Kaminuma T.* Plastic resin pellets as a transport medium for toxic chemicals in the marine environment // *Environ. Sci. Technol.* 2001. V. 35. P. 318–324.
- McDermid K. J., McMullen T. L.* Quantitative analysis of small-plastic debris on beaches in the Hawaiian Archipelago // *Mar. Pollut. Bull.* 2004. V. 48. P. 790–794.
- Miyake H., Shibata H., Furushima Y.* Deep-sea litter study using deep-sea observation tools / In *Interdisciplinary Studies on Environmental Chemistry – Marine Environmental Modeling & Analysis*: Omori K., Guo X., Yoshie N., Fujii N., Handoh I. C., Isobe A., Tanabe S. (Eds.). TERRAPUB: Tokyo. 2011. P. 261–269.
- Moore C. J., Lattin G. L., Zellers, A. F.* Density of Plastic Particles Found in Zooplankton Trawls From Coastal Waters of California to the North Pacific Central Gyre // *Proceedings of the Plastic Debris Rivers to Sea Conference*, Algalita Marine Research Foundation, Long Beach, CA USA. 2005. (<http://www.algalita.org/wp-content/uploads/2014/05/Density-of-Particles-spellchkd11-05.pdf>)
- Moore C. J., Moore S. L., Leecaster M. K., Weisberg S. B.* A comparison of plastic and plankton in the North Pacific Central Gyre // *Mar. Pollut. Bull.* 2001. V. 42. P. 1297–1300.
- Moore C. J., Moore S. L., Weisberg S. B., Lattin G. L., Zellers A. F.* A comparison of neustonic plastic and zooplankton abundance in southern California's coastal waters // *Mar. Pollut. Bull.* 2002. V. 44. P. 1035–1038.
- Morét-Ferguson S., Law K. L., Proskurowski G., Murphy E. K., Peacock E. E., Reddy C. M.* The size, mass, and composition of plastic debris in the western North Atlantic Ocean // *Mar. Pollut. Bull.* 2010. V. 60. P. 1873–1878.
- Morris A. W., Hamilton E. I.* Polystyrene spherules in the Bristol Channel // *Mar. Pollut. Bull.* 1974. V. 5. P. 26–27.
- Morris R. J.* Plastic debris in the surface waters of the South Atlantic // *Mar. Pollut. Bull.* 1980. V. 11. P. 164–166.

- Mudd S., D'Alpaos A., Morris J.* How does vegetation affect sedimentation on tidal marshes? Investigating particle capture and hydrodynamic controls on biologically mediated sedimentation // *J. Geophys. Res.* 2010. 115. F03029 DOI: 10.1029/2009JF001566.
- Murray F., Cowie P. R.* Plastic contamination in the decapod crustacean *Nephrops norvegicus* (Linnaeus, 1758) // *Mar. Pollut. Bull.* 2011. V. 62. P. 1207–1217.
- Ng K. L., Obbard J. P.* Prevalence of microplastics in Singapore's coastal marine environment // *Mar. Pollut. Bull.* 2006. V. 52. P. 761–767.
- Nor N. H. M., Obbard J. P.* Microplastics in Singapore's coastal mangrove ecosystems // *Mar. Pollut. Bull.* 2014. V. 79. P. 278–283.
- Norén F.* Small plastic particles in Coastal Swedish waters. KIMO report. 2007. 11 pp.
- Nuelle M.-T., Dekiff J. H., Remy D., Fries E.* A new analytical approach for monitoring microplastics in marine sediments // *Environ. Pollut.* 2014. V. 184. P. 161–169.
- Ogata Y., Takada H., Mizukawa K., Hirai H., Iwasa S., Endo S., Mato Y., Saha M., Okuda K., Nakashima A., Murakami M., Zurcher N., Booyatumanondo R., Zakaria M. P., Dung L. Q., Gordon M., Miguez C., Suzuki S., Moore C., Karapanagioti H. K., Weerts S., McClurg T., Burres E., Smith W., Van Velkenburg M., Lang J. S., Lang R. C. Laursen, D., Danner B., Stewardson N., Thompson R. C.* International Pellet Watch: global monitoring of persistent organic pollutants (POPs) in coastal waters. 1. Initial phase data on PCBs, DDTs, and HCHs // *Mar. Pollut. Bull.* 2009. V. 58. P. 1437–1446.
- Ogi H., Baba N., Ishihata S., Shibata Y.* Sampling of plastic pellets by two types of neuston net and plastic pollution in the sea // *Bull. Fac. Fish. Hokkaido Univ.* 1999. V. 50. P. 77–91.
- Ogi H., Fukumoto Y.* A sorting method for small plastic debris floating on the sea surface and stranded on sandy beaches // *Bull. Fac. Fish., Hokkaido Univ.* 2000. V. 51. P. 71–93.
- PlasticsEurope (2015). *Plastics—the Facts 2014/2015.* <http://www.plasticseurope.fr/Document/plastics—the-facts-2013.aspx?Page=DOCUMENT&FolID=2>, http://issuu.com/plasticseuro_peekbook/docs/final_plastics_the_facts_2014_19122.
- PlasticsEurope 2014 <http://www.plastval.pt/conteudos/File/Publicacoes/Plastics%20-%20the%20Facts%202014.pdf> (accessed 29 June 2015).
- Reddy M. S., Basha S., Adimurthy S., Ramachandraiah G.* Description of the small plastics fragments in marine sediments along the Alang-Sosiya ship-breaking yard, India // *Estuarine, Coastal Shelf Sci.* 2006. V. 68. P. 656–660.
- Redford D. P., Trulli W. R., Trulli H. K.* Composition of floating debris in harbours of the United States // *Chem. Ecol.* 1992. V. 7. P. 75–92.
- Reisser J., Shaw J., Wilcox C., Hardesty B. D., Proietti M., Thums M., C. Pattiaratchi C.* Marine plastic pollution in waters around Australia: Characteristics, concentrations and pathways // *PLOSone.* 2013. V. 8. P.1–11.
- Remy F., Collard F., Gilbert B., Compère Ph., Eppe G., Lepoint G.* When Microplastic Is Not Plastic: The Ingestion of Artificial Cellulose Fibers by Macrofauna Living in Seagrass Macrophytodebris // *Environ. Sci. Technol.* 2015. V. 49(18). P. 11158–11166. DOI: 10.1021/acs.est.5b02005
- Rilling M. C.* Microplastic in terrestrial ecosystems and the soil? // *Environ. Sci. Technol.* 2012. V. 46. P. 6453–6454.
- Rios L. M., Jones P. R., Moore C., Narayan U. V.* Quantitation of persistent organic pollutants adsorbed on plastic debris from the Northern Pacific Gyre's "eastern garbage patch" // *J. Environ. Monit.* 2010. V. 12. P. 2226–2236.

- Rocha-Santos T., Duarte A. C.* A critical overview of the analytical approaches to the occurrence, the fate and the behavior of microplastics in the environment // *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2015. V. 65. P. 47–53.
- Rochman C. M., Browne M. A., Halpern B. S., Hentschel B. T., Hoh E., Karapanagioti H. K., Rios-Mendoza L. M., Takada H., The S., Thompson R. C.* Policy: classify plastic waste as hazardous // *Nature*. 2013. V. 494. P. 169–171.
- Rusch A., Huettel M., Forster S.* Particulate organic matter in permeable marine sands - dynamics in time and depth // *Estuarine, Coastal Shelf Sci*. 2000. V. 51. P. 399–414.
- Ryan P. G.* The characteristics and distribution of plastic particles at the sea-surface off the southwestern Cape Province, South Africa // *Mar. Environ. Res*. 1988. V. 25. P. 249–273.
- Ryan P. G., Moore C. J., Van Franeker J. A., Moloney C. L.* Monitoring the abundance of plastic debris in the marine environment // *Philos. Trans. R. Soc., B*. 2009. V. 364. P. 1999–2012.
- Shaw D. G., Day R. H.* Colour- and form-dependent loss of plastic micro-debris from the North Pacific Ocean // *Mar. Pollut. Bull*. 1994. V. 28. P. 39–43.
- Shiber J. G.* Plastic pellets and tar on Spain's Mediterranean beaches // *Mar. Pollut. Bull*. 1987. V. 18. P. 84–86.
- Shiber J. G.* Plastic pellets on Spain's "Costa del Sol" beaches // *Mar. Pollut. Bull*. 1982. V. 13. P. 409–412.
- Shiber J. G.* Plastic pellets on the coast of Lebanon // *Mar. Pollut. Bull*. 1979. V. 10. P. 28–30.
- Song Y. K., Hong S. H., Jang M., Han G. M., Rani M., Lee J., Shim W. J.* A comparison of microscopic and spectroscopic identification methods for analysis of microplastic in environmental samples // *Mar. Pollut. Bull*. 2015. V. 93(1-2). P. 202–209. doi: 10.1016/
- Song Y. K., Hong S. H., Jang M., Kang J. H., Kwon O. Y., Han G. M., Shim W. J.* Large accumulation of micro-sized synthetic polymer particles in the sea surface microlayer // *Environ. Sci. Technol*. 2014. V. 48. P. 9014–9021.
- Southwood T. R. E., Henderson P. A.* *Ecological Methods*, 3rd Edition. Blackwell Science, Oxford. 2000. 592 pp.
- Spengler A., Costa M. F.* Methods applied in studies of benthic marine debris // *Mar. Pollut. Bull*. 2008. V. 56. P. 226–230.
- Tagg A. S., Sapp M., Harrison J. P., Ojeda J. J.* Identification and Quantification of Microplastics in Wastewater Using Focal Plane Array-Based Reflectance Micro-FT-IR Imaging // *Anal. Chem*. 2015. V. 87(12). P. 6032–6040. doi: 10.1021/acs.analchem.5b00495.
- Teuten E. L., Saquing J. M., Knappe D. R. U., Barlaz M. A., Jonsson S., Bjoörn A., Rowland S. J., Thompson R. C., Galloway T. S., Yamashita R., Ochi D., Watanuki Y., Moore C., Viet P. H., Tana T. S., Prudente M., Boonyatumanond R., Zakaria M. P., Akkavong K., Ogata Y., Hirai H., Iwasa S., Mizukawa K., Hagino Y., Imamura A., Saha M., Takada H.* Transport and release of chemicals from plastics to the environment and to wildlife // *Philos. Trans. R. Soc. B*. 2009. V. 364. P. 2027–2045.
- Thiel M., Hinojosa I., Vásquez N., Macaya E.* Floating marine debris in coastal waters of the SE-Pacific (Chile) // *Mar. Pollut. Bull*. 2003. V. 46. P. 224–231.
- Thompson R. C., Olsen Y., Mitchell R. P., Davis A., Rowland S. J., John A. W. G., McGonigle D., Russell A. E.* Lost at sea: where is all the plastic? // *Science*. 2004. V. 304. P. 838.

- Turner A., Holmes L. Occurrence, distribution and characteristics of beached plastic production pellets on the island of Malta (central Mediterranean) // *Mar. Pollut. Bull.* 2011. V. 62. P. 377–381.
- Turra A., Manzano A. B., Dias R. J. S., Mahiques M. M., Barbosa L., Balthazar-Silva D., Moreira F. T. Three dimensional distribution of plastic pellets in sandy beaches: shifting paradigms // *Nature Scientific Reports*. 2014. V. 4. Article number: 4435. P. 1–7. doi:10.1038/srep04435.
- U.S. EPA. Guidelines for Exposure Assessment. U.S. Environmental Protection Agency. Risk Assessment Forum. Washington, DC. EPA/600/Z-92/001. 1992. 139 pp. (<http://cfpub.epa.gov/ncea/risk/recordisplay.cfm?deid=15263>)
- UNEP (2015) Plastic in Cosmetics. 38 pp. (<http://web.unep.org/ourplanet/september-2015/unep-publications/plastic-cosmetics-are-we-polluting-environment-through-our-personal>)
- Upendra Bhatt. Recycling & Managing the Plastic Waste // Conference on Recycling & Managing the Plastic Waste. ASSOCHAM May 30, 2015. New Delhi. 11 pp. http://www.assoam.org/upload/event/recent/event_1150/Mr_Upendra_Bhatt_Plastic_Waste_Management-cKinetics_May_30-15.pdf
- Van A., Rochman C. M., Flores E. M., Hill K. L., Vargas E., Vargas S. A., Hoh E. Persistent organic pollutants in plastic marine debris found on beaches in San Diego, California // *Chemosphere*. 2012. V. 86. P. 258–263.
- Van Dolah R. F., Burrell V. G., West S. B. The distribution of pelagic tar and plastics in the South Atlantic Bight // *Mar. Pollut. Bull.* 1980. V. 11. P. 352–356.
- Velander K., Mocogni M. Beach litter sampling strategies: is there a “best” method? // *Mar. Pollut. Bull.* 1999. V. 38. P.1134–1140.
- Velis C.A. Global recycling markets - plastic waste: A story for one player – China // Report prepared by FUELogy and formatted by D-waste on behalf of International Solid Waste Association – Globalisation and Waste Management Task Force. ISWA. Vienna. September 2014. 2014. 66 pp.
- Vianello A., Boldrin B., Guerriero P., Mochino V., Rella R., Sturaro A., Das Ros L. Microplastic particles in sediments of Lagoon of Venice, Italy: First observations on occurrence, spacial patterns and identification // *Estuar. Coastal Shelf S.* 2013. V. 130. P. 54–61.
- Wagner M., Scherer C., Alvarez-Muñoz D., Brennholt N., Bourrain X., Buchinger S., Fries E., Grosbois C., Klasmeier J., Marti T., Rodriguez-Mozaz S., Urbatzka R., Vethaak A., Winther-Nielsen M., Reifferscheid G. Microplastics in freshwater ecosystems: what we know and what we need to know // *Environ. Sci. Eur.* 2014. V. 26:12. <http://dx.doi.org/10.1186/s12302-014-0012-7>.
- Williams A. T., Tudor D. T. Litter burial and exhumation: spatial and temporal distribution on a cobble pocket beach // *Mar. Pollut. Bull.* 2011. V. 42. P. 1031–1039.
- Wright S. L., Thompson R. C., Galloway T. S. The physical impacts of microplastics on marine organisms: A review // *Environ. Pollut.* 2013. V. 178. P. 483–492.
- Wurl O., Obbard J. P. Chlorinated pesticides and PCBs in the sea surface microlayer and seawater samples of Singapore // *Mar. Pollut. Bull.* 2005. V. 50. P. 1233–1243.
- Yamashita R., Tanimura A. Floating plastic in the Kuroshio Current area, western North Pacific Ocean // *Mar. Pollut. Bull.* 2007. V. 54. P. 485–488.

Zbyszewski M., Corcoran P. L., Hockin A. Comparison of the distribution and degradation of plastic debris along shorelines of the Great Lakes, North America // *J. Gt. Lakes Res.* 2014. V. 40. P. 288–299. doi:10.1016/j.jglr.2014.02.012.

Zurcher N. Small plastic debris on beaches in Hong Kong: an initial investigation // Thesis for the degree of Master of Science in Environmental Management. University of Hong Kong. 2009. 81 pp.

Перечень стандартов РФ и международных, в результате применения которых может быть обеспечено соблюдение требований технического регламента в области производства упаковочных материалов, тары и упаковки. Электронный ресурс: www.ncpack.ru/analitika/perechen_standartov.doc 295 кБ. дата обращения: 03.07.2015

Справочник химика / под ред. Б.П. Никольского. Москва-Ленинград: Химия, 1964. Т. 3. 1006 с.