

Гидрометеорология и экология. 2024. № 76. С. 524—541.
Hydrometeorology and Ecology. 2024;(76):524—541.

ЭКОЛОГИЯ

Научная статья
УДК 556.388:678.5
doi: 10.33933/2713-3001-2024-76-524-541

Методические особенности выделения частиц микропластика из проб грунта водных объектов

***Александра Александровна Ершова¹, Екатерина Викторовна Иванова²,
Дарья Алексеевна Тихонова², Ирина Николаевна Макеева¹***

¹ ПластикЛаб, Российский государственный гидрометеорологический университет, Санкт-Петербург, Россия, plasticlab.2019@gmail.com

² Институт озероведения РАН — Санкт-Петербургский Федеральный исследовательский центр РАН (ИНОЗ РАН — СПб ФИЦ РАН)

Аннотация. В работе представлены результаты сравнительных экспериментов лаборатории ПластикЛаб (РГГМУ) и научной группы ИНОЗ РАН – СПб ФИЦ РАН по подготовке проб грунта водных объектов для выделения частиц микропластика из матрицы. Сравниваются методы экстракции микропластика с помощью термостакана, делительной воронки и специальной установки. Наименее эффективным является метод экстракции в термостакане, когда теряется в среднем до 40 % контрольных частиц микропластика. При проведении процедуры плотностного разделения для экстракции микропластика из проб грунта целесообразно применение делительной воронки, которая обеспечивает, во-первых, достаточную изоляцию образца от внешней среды (для исключения воздушного загрязнения) и, во-вторых, эффективное извлечение супернатанта с содержащимся в нем микропластиком, исключающее потери частиц при переносе образца. Особое внимание при обработке проб грунта следует уделять контролю качества анализа и соблюдению чистоты эксперимента.

Ключевые слова: микропластик, водная среда, грунт, донные отложения, пробоподготовка, плотностное разделение, делительная воронка.

Благодарности: Работа ПластикЛаб РГГМУ проведена при поддержке проекта Госзадания Минобрнауки РФ № FSZU-2023-0002. Работа ИНОЗ РАН – СПб ФИЦ РАН выполнена в рамках государственного задания ИНОЗ РАН – СПб ФИЦ РАН (тема FFZF-2024-0002 «Современные угрозы водным объектам и инновационные методы их сохранения, восстановления и рационального использования»).

Для цитирования: Ершова А. А., Иванова Е. В., Тихонова Д. А., Макеева И. Н. Методические особенности выделения частиц микропластика из проб грунта водных объектов // Гидрометеорология и экология. 2024. № 76. С. 524—541. doi: 10.33933/2713-3001-2024-76-524-541.

Original article

Methodological features of microplastics extraction from samples of bottom sediments of water bodies

*Alexandra A. Ershova¹, Ekaterina V. Ivanova²,
Daria A. Tikhonova², Irina N. Makeeva¹*

¹ PlasticLab, Russian State Hydrometeorological University (RSHU), St. Petersburg, Russia, plasticlab.2019@gmail.com

² Institute of Limnology Russian Academy of Sciences - St. Petersburg Federal Research Center RAS, St. Petersburg, Russia

Summary. This paper discusses the existing international recommendations for the isolation of microplastics from various environmental matrices, and also presents the results of several comparative (intercalibration) experiments on the sample preparation of bottom sediments for the analysis of the content of microplastics between the PlasticLab laboratory (RSHU) and the scientific group of the Institute of Limnology RAS — St. Petersburg Federal Research Center RAS. Methods for extracting microplastics from sediments using a thermal glass, a separating funnel and a special installation are compared. The least effective of the considered methods is the sediment settling in a thermal glass, when up to 40% of control microplastic particles are lost. It is recommended to use other special types of instruments intended for the density separation procedure, such as a separating funnel or an SMI-installation for extracting microplastics from bottom sediments, which provide, firstly, sufficient isolation of the sample from the external environment (to exclude contamination) and, secondly, the efficient extraction of the supernatant with the microplastics, eliminating the loss of particles during the transfer of the sample. Recommendations on maintaining the purity of the experiment are presented.

Keywords: microplastics, aquatic environment, bottom sediments, laboratory processing of samples, density separation.

Acknowledgments: PlasticLab laboratory work was supported by the State Task of Ministry of Education and Science of Russia № FSZU-2023-0002. Institute of limnology work was supported by the State Task of Institute of Limnology Russian Academy of Sciences - St. Petersburg Federal Research Center RAS, theme FFZF-2024-0002 «Modern hazards to water bodies and innovative methods of their conservation, restoration and rational use».

For citation: Ershova A. A., Ivanova E. V., Tikhonova D. A., Makeeva I. N. Methodological features of microplastics extraction from samples of bottom sediments of water bodies. *Gidrometeorologiya i Ekologiya = Journal of Hydrometeorology and Ecology*. 2024;(76):524—541. (In Russ.). doi: 10.33933/2713-3001-2024-76-524-541.

Введение

Исследования содержания микропластика в различных компонентах природной среды — матрицах (вода, донные отложения, биота) активно ведутся последние 20 лет в связи с появлением понятия «микропластик» как загрязнитель природной среды [1]. Однако вопросы методического обеспечения таких исследований на сегодняшний день еще не решены. В 2012 г. Hidalgo-Ruz et al. [2] в своем обзоре методических подходов одними из первых обозначили необходимость установления и утверждения общей стандартной процедуры для отбора проб,

экстракции частиц микропластика из пробы (очистки пробы от природного органического вещества и минеральной взвеси) и химической идентификации частиц для возможности сравнения результатов различных исследований. Последние научные обзоры рассматривают и обобщают существующие методы отбора проб, их обработки и анализа в морской и пресноводной среде [3—11], а также в почвенных образцах [12] и биоте [13], показывая при этом их несогласованность. Особенно остро стоит вопрос обеспечения качества и контроля качества исследований (ОК/КК), меры и процедуры для которых зачастую не соблюдаются и не указываются в представляемых результатах исследований [14—16].

Для решения этих проблем в конце 2023 г. был выпущен первый всемирный стандарт анализа микропластика в окружающей среде ISO/FDIS 24187 «Principles for the analysis of microplastics present in the environment» [17], который рассматривает базовые принципы выделения микропластика из природных проб. Методические вопросы обозначены в этом документе лишь в общем виде, однако он является важным шагом к стандартизации исследований в мире. В частности, в этом документе утверждено определение размерной категории частиц микропластика: «крупный микропластик» – от 1 мм до 5 мм и «микропластик» – от 1 мкм до 1000 мкм [17].

В настоящее время российские исследователи руководствуются международными и региональными руководящими документами по мониторингу морского мусора и микропластика (например, для Арктического региона [18] и для Евросоюза [19]), так как в Российской Федерации такие документы еще находятся в разработке. Важнейшей инициативой по гармонизации методик исследования содержания микропластика в окружающей среде Балтийского моря стала работа экспертов ХЕЛКОМ (Хельсинкская комиссия по защите морской среды Балтийского моря) в рамках Регионального плана действий по морскому мусору для Балтийского моря — RAP ML. В рамках проекта HELCOM BLUES [20] в 2021—2022 гг. было проведено сравнение методик исследования содержания микропластика в компонентах окружающей среды в ведущих лабораториях 9 стран ХЕЛКОМ, включая Россию (от России в проекте участвовала А. А. Ершова, эксперт ХЕЛКОМ в группе по морскому мусору от Российской Федерации). Особенно тщательно рассматривались различия аналитических протоколов для обработки проб морской воды и образцов морского грунта (донных отложений). Например, для растворения природного органического материала ХЕЛКОМ рекомендует применять реактив Фентона при температуре не выше 40 °С в связи с высоким риском деградации некоторых синтетических полимеров при температуре нагрева выше 60 °С. Более щадящие (но дорогие и времязатратные) методы, основанные на использовании ферментов (энзимное растворение), применяются только в 5 из 11 лабораторий стран Балтийского региона и лишь как дополнительный этап после основного этапа обработки пробы перекисью водорода или щёлочью. Результатом проекта HELCOM BLUES стали региональные руководящие документы по мониторингу микромусора в донных отложениях и морской воде в соответствии с существующими подходами и возможностями лабораторий в регионе Балтийского моря [20].

Продолжением этой работы по гармонизации методик в Балтийском регионе стал сличительный эксперимент (интеркалибрация), проведенный в апреле 2021 г. в регионе Финского залива в рамках Трёхстороннего сотрудничества по Финскому заливу (The Gulf of Finland Trilateral Cooperation), между четырьмя лабораториями Финляндии, Эстонии и России, который стал первым международным сличительным экспериментом с участием представителей лабораторий из Российской Федерации. В эксперименте участвовали лаборатория ПластикЛаб РГГМУ (руководитель Ершова А. А.) и научная группа ИНОЗ РАН – СПб ФИЦ РАН (руководитель Иванова Е. В.). В работе оценивались методы обработки образцов и количественного определения микропластика, применяемые в разных лабораториях для оценки влияния различий лабораторных протоколов на количество микропластика, обнаруженного в образцах. Пробоподготовка и анализ образцов компонентов окружающей среды (матриц) являются ключевыми этапами в исследованиях микропластика и определяют достоверность и качество результатов [8, 14, 16]. Данный эксперимент был направлен на оценку степени экстракции и количественного определения искусственно добавленного микропластика (полистироловые гранулы), а также количественной оценки «природного» микропластика в двух матрицах: морской воде (отбор пробы из поверхностного слоя воды Манта-тралом, размер ячеи 300 мкм) и донных отложениях (отбор проб дночерпателем, верхние 5 см осадка) в восточной части Финского залива. Целевая фракция исследуемого микропластика составила > 300 мкм для проб воды и > 100 мкм для донных отложений. Каждая лаборатория работала с тремя повторностями природных образцов, в которые добавлялись искусственные гранулы размером 150—325 мкм.

В целом, несмотря на некоторую разницу используемых протоколов лабораторной обработки (например, использование пероксидного или энзимного разложения природного органического вещества, разной химической посуды и др.), результаты всех четырех лабораторий были сравнимы. Отмечена высокая степень извлечения контрольных частиц микропластика ($> 92\%$) для всех лабораторий — участников эксперимента, результаты которого ранее, к сожалению, не были опубликованы. При этом она была значительно выше в пробах морской воды, в отличие от образцов донных осадков, где потери частиц были связаны с большим количеством этапов обработки образцов грунта (в первую очередь с введением этапа плотностного разделения). Наибольшая разница в результатах определения содержания «природного» микропластика в лабораториях наблюдалась для проб донных отложений. Сличительный эксперимент 2021 г. подчеркнул, что все лабораторные протоколы, используемые лабораториями-участниками, имеют свои недостатки, которые могут привести к недооценке или завышению общей концентрации микропластика и к увеличению различий между лабораториями.

Действительно, подготовка проб является одним из основных этапов исследования, в процессе которого происходят потери микропластика из образцов и одновременно контаминация (внешнее загрязнение), то есть привнесение новых частиц [16]. При этом образцы могут сильно отличаться в зависимости от среды (морской или пресноводной) по количеству и составу природного органического

вещества, а пробы донных отложений всегда отличаются по составу самих отложений, крупности осадка и т. д., что сильно влияет на выбор процедуры обработки образцов. Важнейшими этапами в пробоподготовке служат этапы уменьшения объема образца (концентрирование пробы) и удаления природных компонентов пробы, которые проводятся в зависимости от типа материала путем сухого или мокрого просеивания (процесс фракционирования образца по размеру), плотностного разделения, а также растворения органического материала [3, 6—8]. В зависимости от типа матрицы исследуемых образцов выбираются подходящие этапы обработки, которые также могут комбинироваться и повторяться для подготовки образца к полимерной идентификации.

Этап плотностного разделения является одним из ключевых в процессе пробоподготовки образцов грунта и очень частым при работе с образцами речной и озерной воды, богатой взвешенным минеральным веществом [3, 11]. Процесс основан на свойстве плавучести частиц пластика и проводится с использованием растворов с плотностью выше, чем плотность большинства синтетических полимеров, встречающихся в природных средах. Растворы, применяемые для выделения микропластика, различаются плотностью, и, соответственно, процентом выделяемых частиц микропластика [21]. Более дешевый раствор соли NaCl имеет плотность всего 1,2 г/см³, что не позволяет выделить очень многие виды полимеров [6], поэтому в настоящее время рекомендованными растворами для плотностного разделения являются растворы с плотностью более 1,7 г/см³ [6, 8, 20], например, хлорид цинка ZnCl₂ (1,7 — 1,8 г/см³) и поливольфрамат натрия Na₆H₂W₁₂O₄₀ (до 3,1 г/см³). При этом каждый раствор имеет как достоинства (высокая плотность), так и недостатки (токсичность, высокая цена), поэтому выбор раствора зависит от оснащения и возможностей лаборатории. После проведения этапа плотностного разделения супернатант (надосадочная жидкость) с частицами микропластика сливается для дальнейшей обработки образца (очистка от природного органического вещества и осаждение частиц на фильтр для последующего количественного и качественного анализа).

Этап плотностного разделения проводится с помощью различного лабораторного инструментария (делительные воронки, стаканы, сепараторы), и выбор химической посуды является ключевым с точки зрения экстракции частиц микропластика с одной стороны, и контаминации образца — с другой. Такой вывод был сделан в рамках проведенного в 2021 г. сличительного эксперимента в регионе Финского залива, когда было установлено, что наибольшие потери частиц микропластика были связаны с использованием термостаканов для отстаивания образцов на этапе плотностного разделения.

С целью уточнения роли различной химической посуды и специальных сепарирующих устройств в обработке образцов грунта, за счет которых происходит искажение итоговых результатов по представлению количества микропластика в природном образце, был проведен специальный сличительный эксперимент между лабораториями ПластикЛаб РГГМУ и ИНОЗ РАН — СПб ФИЦ РАН, результаты которого представлены в настоящей работе.

Материалы и методы исследования

Для проведения сличительных экспериментов по выделению частиц микропластика из донного грунта водных объектов между лабораториями ПластикЛаб РГГМУ и ИНОЗ РАН использовались 3 пробы донных отложений Ладожского озера: 1 проба песчаных отложений в Черемухинском заливе (проба №1) и 2 пробы илистого грунта вблизи города Лахденпохья (проба №2) и острова Валаам (проба №3). Пробы отбирались дночерпателем Ван-Вина; для анализа отбиралось до 5 см верхнего ненарушенного слоя осадка. Каждая из проб была разделена на две равные части и направлена для анализа в каждую лабораторию, где обрабатывалась согласно протоколам, принятым в соответствующей лаборатории. Для оценки эффективности извлечения частиц микропластика с помощью используемых методик в каждую пробу были добавлены контрольные полистирольные микрогранулы (по 20 шт.) размером 150—325 мкм (Polysciences Europe GmbH).

Лабораторные протоколы ПластикЛаб РГГМУ и ИНОЗ РАН

Процесс обработки проб грунта (донных отложений) в обеих лабораториях в рамках сличительного эксперимента включал следующие этапы. Первый этап — экстракция пластиковых частиц с помощью процедуры плотностного разделения в насыщенном растворе соли $ZnCl_2$ (плотность 1,7—1,8 г/см³) с помощью стеклянного термостакана (в обеих лабораториях) (методика NOAA [22]), а также с помощью делительной воронки (в ПластикЛаб РГГМУ) и SMI-установки (в лаборатории ИНОЗ РАН). SMI-установка — Sediment-Microplastic Isolation unit — состоит из двух полипропиленовых труб диаметром 75 мм, соединенных шаровым краном (рис. 1), и была впервые предложена в работе [21]. На первом этапе вся масса грунта тщательно перемешивалась (гомогенизировалась), для каждого вида используемого оборудования отбиралась аликвота 50 г образца. Последующие

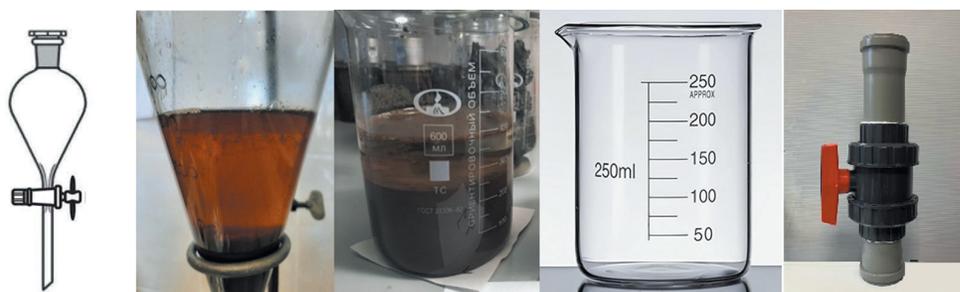


Рис. 1. Лабораторная посуда, используемая в эксперименте в лаборатории ПластикЛаб РГГМУ, с исследуемым образцом грунта в насыщенном растворе $ZnCl_2$: делительная воронка (слева) и химический термостакан (в центре). Справа — SMI-установка согласно [21], используемая в лаборатории ИНОЗ РАН — СПб ФИЦ РАН.

Fig. 1. Laboratory equipment used in the experiment by PlasticLab RSHU with the sediment sample in the saturated $ZnCl_2$ solution: separation funnel (left) and a thermal beaker (middle). Right — SMI-installation as in [21] used in the laboratory of INOZ RAS – SPB FIC RAS.

этапы включали растворение природного органического материала в образце (пероксидное окисление с реактивом Фентона), визуальное определение микропластиковых частиц с помощью оптического микроскопа и цифровой камеры, а также верификация частиц с помощью метода горячей иглы (в ПластикЛаб РГГМУ) или флуоресцентной микроскопии с использованием липофильного красителя Нильский красный (ИНОЗ РАН). В обеих лабораториях идентифицировались синтетические частицы в размерном диапазоне от 100 мкм до 5000 мкм. Сравнительное описание используемых лабораторных протоколов приведено в табл. 1.

Таблица 1

Сравнительное описание используемых лабораторных протоколов в ПластикЛаб РГГМУ и ИНОЗ РАН

Comparative description of laboratory protocols used in PlasticLab RSHU and INOZ RAS

Используемое оборудование	ПластикЛаб РГГМУ		ИНОЗ РАН	
	Делительная воронка (V = 1000 мл)	Термостакан (V = 600 мл)	SMI-установка (V = 1500 мл)	Термостакан (V = 600 мл)
Плотностное разделение	50 г грунта + 100 мл р-ра ZnCl ₂	50 г грунта + 300 мл р-ра ZnCl ₂	50 г грунта + 1300 мл р-ра ZnCl ₂	50 г грунта + 300 мл р-ра ZnCl ₂
	Отстаивание образца в растворе соли при комнатной температуре			
	Отстаивание – 12 ч, перемешивание, отстаивание еще 12 ч. Слив осадка. Слив супернатанта сразу на нейлоновый фильтр с ячейкой 82 мкм.	Отстаивание – 24 ч, слив супернатанта на нейлоновый фильтр (82 мкм), добавление в стакан р-ра ZnCl ₂ , отстаивание 12 ч (3 повторения). Слив супернатанта на фильтр.	Отстаивание – 2 ч, слив верхнего супернатанта на металлическую сеть (60 мкм). Повторный долив в установку р-ра ZnCl ₂ , отстаивание, слив супернатанта на сеть. Повторный смыв с сети в колбу.	Отстаивание – 24 ч, слив супернатанта на металлическую сеть (60 мкм). Смыв частиц с сети в колбу дист. водой. Повторный долив в стакан р-ра ZnCl ₂ , отстаивание – 2 ч, слив супернатанта на сеть. Повторный смыв с сети в колбу.
Растворение природного органического вещества	Пероксидное окисление с реактивом Фентона: 20 мл 30% H ₂ O ₂ + Fe(II) (катализатор) в условиях водяной бани (T = 65 °C, max – 50 мин). После остывания фильтра с образцом добавляется 10 мл соляной кислоты (1:1), после чего сразу производится тщательный смыв образца с фильтра дист. водой на новый фильтр (с ячейкой 82 мкм), который помещается в чашку Петри до его полного высыхания при комнатной температуре.		Пероксидное окисление с реактивом Фентона: 30% H ₂ O ₂ + Fe(II) (катализатор) в пропорции к грунту 1:1 в условиях песчаной бани (T = 75 °C, 40–60 мин), отстаивание пробы в течение суток. Осадок из колбы фильтруется через сетку 60 мкм, тщательно промывается и смывается дистиллированной водой на чашку Петри. Чашка Петри накрывается металлической сеткой и помещается в сушильный шкаф с температурой 50 °C до полного испарения жидкости.	
Идентификация частиц микропластика	Стереомикроскоп Levenhuk (40x), цифровая камера Levenhuk M1000. Верификация частиц: метод «горячей иглы» (количественный подсчет и морфологический анализ частиц).		Оптические микроскопы Euler Professor 770T и Levenhuk Rainbow 2L PLUS с цифровой камерой Levenhuk C510. Верификация частиц: метод флуоресцентной микроскопии с использованием липофильного красителя Нильский красный.	

Методы верификации частиц также представлены в табл. 1. В лаборатории ПластикЛаб для идентификации и верификации «природных «синтетических частиц (в случаях, когда нет необходимости подтверждать состав полимера) применяется метод «горячей иглы» [23], который позволяет быстро и достаточно достоверно [24] определить принадлежность частицы к классу искусственных полимеров. При приближении нагретой иглы полимерные частицы плавятся, в то время как природные органические частицы либо совсем не реагируют, либо темнеют и сгорают. Обязательно соблюдение требований: сухой образец, раскаленная игла, опытный лаборант.

В лаборатории ИНОЗ РАЗ используется метод окрашивания частиц липофильным красителем. В чашки Петри добавлялся краситель Нильский красный, растворенный в н-гексане (10 мг/л). Образцы выдерживались в затемненном вытяжном шкафу до полного испарения влаги. Пробы анализировались при помощи флуоресцентного микроскопа МИКМЕД-2 ЛОМО с цифровой камерой МС-6.3 на двух длинах электромагнитных волн: 330-385 нм (ультрафиолетовое излучение) и 510—560 нм (зеленый спектр).

Для пересчета веса влажной пробы на абсолютно сухой вес 10 г донных отложений высушивались в сушильном шкафу при температуре 105 °С. Проба взвешивалась до и после сушки, после чего рассчитывалась разница между влажным и сухим весом в процентах. Полученные концентрации микропластика во влажной пробе пересчитывались на сухой вес (г на кг с.в.).

Особенности пробоподготовки и обработки образцов, контроль загрязнения и контроль качества анализа

При проведении процедуры экстракции частиц микропластика из образцов грунта с помощью делительной воронки или термохимического стакана в ПластикЛаб РГГМУ проба тщательно перемешивалась (гомогенизировалась) перед помещением в воронку/стакан, а после первого этапа отстаивания снова периодически перемешивалась, иногда несколько раз (см. табл. 1). Перед сливом супернатанта стенки воронки/стакана тщательно обмывались раствором хлорида цинка (5—6 раз), весь смыв также отправлялся на конечный фильтр. После слива супернатанта вся площадь делительной воронки тщательно обмывалась профильтрованной дистиллированной водой, которая отправлялась на тот же фильтр со взвесью.

В лаборатории ИНОЗ РАН при использовании SMI-установки раствор $ZnCl_2$ добавлялся до середины верхней трубы, после чего шаровой кран перекрывался, и верхний супернатант сливался через металлическую сеть (60 мкм). Далее верхняя часть установки снималась, стенки тщательно промывались дистиллированной водой на ту же сеть. Верхняя часть установки снова помещалась на место, шаровой кран открывался и осадок повторно заливался раствором $ZnCl_2$. После повторного отстаивания осадочная жидкость над шаровым краном так же фильтровалась через сетку и смывалась в колбу с предыдущей частью образца.

Лабораторные протоколы ПластикЛаб РГГМУ и ИНОЗ РАН обязательно включают контроль загрязнения материалов и химических реактивов на всех этапах работы согласно принятым международным требованиям, а также использование холостых (процедурных) проб. Контроль загрязнения и контроль качества

анализа проводился в обеих лабораториях идентично. Основные этапы контроля воздушного загрязнения включают использование х/б халатов, изолирование образца от внешней среды (стаканы и установки всегда накрыты чашкой Петри или фольгой), работу в условиях чистой лаборатории [16] с ограничением доступа посторонних и тщательной уборкой рабочего места, а также установку открытых чашек Петри со смоченным чистым фильтром в рабочей зоне для коррекции итоговых результатов. Процедурные (холостые) пробы с раствором $ZnCl_2$ обрабатывались тем же способом, что и реальные пробы. Количество частиц, обнаруженных в холостых пробах, учитывалось при расчете итоговых концентраций. Все используемые реактивы и дистиллированная вода фильтровались через фильтр с ячейкой до 80 мкм. Применялась всегда стеклянная посуда, ограничивалось применение пластиковых предметов и синтетических тканей. Нейлоновый фильтр, используемый в лаборатории ПластикЛаб для смыва образца, не является помехой в исследовании, так как нити фильтра имеют постоянную толщину и под микроскопом очень хорошо отличимы от микропластика из образцов (см. рис. 2 в разделе «Результаты»). В то же время четкая видимая структура нейлонового фильтра очень удобна для подсчета частиц под микроскопом.

Результаты и их обсуждение

Результаты проведенного эксперимента по сравнению методов экстракции контрольных полистироловых гранул и «природных» частиц микропластика из проб донных отложений в ПластикЛаб РГГМУ и ИНОЗ РАН представлены в таблице 2.

Таблица 2

Результаты сличительного эксперимента по экстракции микропластика из проб донных отложений при использовании термостакана, делительной воронки и SMI-установки

Results of intercalibration experiment on microplastic extraction from bottom sediment samples using the beaker, separation funnel and SMI-installation unit

Лаборатория	Номер пробы	Используемое оборудование	Количество извлеченных контрольных гранул, шт / %	Количество микропластика в образце (в 50 г в.в.)	Концентрация микропластика, шт/кг.с.в.
ПластикЛаб	1	Делительная воронка	19 / 95 %	22	440
	1	Термостакан	13 / 65 %	7	140
ИНОЗ	1	Термостакан	12 / 60 %	4	80
	1	SMI-установка	12 / 60 %	5	100
ПластикЛаб	2	Делительная воронка	20 / 100 %	64	1276
	2	Термостакан	15 / 75 %	10	201
ИНОЗ	2	Термостакан	10 / 50 %	1	74
	2	SMI-установка	17 / 85 %	4	296
ПластикЛаб	3	Делительная воронка	20 / 100 %	74	1488
	3	Термостакан	8 / 40 %	15	298
ИНОЗ	3	Термостакан	19 / 95 %	2	87
	3	SMI-установка	15 / 75 %	1	87

Средняя эффективность экстракции контрольных частиц микропластика с использованием термостакана составила 60 % в ПластикЛаб РГГМУ и 68,3 % — в лаборатории ИНОЗ РАН. При использовании делительной воронки процент извлеченных контрольных гранул в среднем составляет 98,3 %, а при использовании SMI-установки — 73,3%.

Этот результат отразился на количестве идентифицированных «природных» частиц микропластика, так как полученные концентрации микропластиковых частиц в донных отложениях при использовании делительной воронки или SMI-установки значительно выше, чем при использовании термохимического стакана. Так, средняя концентрация частиц «природного» микропластика, полученная путем экстрагирования в термостаканах, составила $213 \pm 79,7$ частиц на кг с.в. в ПластикЛаб РГГМУ и $80,3 \pm 6,5$ частиц на кг с.в. — в ИНОЗ РАН. Средняя концентрация частиц микропластика при использовании альтернативных устройств составила $1068 \pm 554,1$ частиц на кг с.в. для делительной воронки и $161 \pm 117,1$ частиц на кг с.в. — для SMI-установки.

Между результатами по экстракции контрольных пластиковых гранул из трех разных проб в термостакане у обеих лабораторий наблюдаются существенные различия, что может указывать на значительное влияние случайных факторов на эффективность данного метода. Здесь стоит отметить, что гранулы очень четко определяются визуально под микроскопом (см. рис. 2) без необходимости верификации каждой частицы. Таким образом, в этой части исследования обе лаборатории работали по единому протоколу, и влияние метода верификации (метод горячей иглы или метод окрашивания липофильным красителем) на результаты экстракции контрольных частиц можно исключить.

В среднем полученные данные по оценке эффективности использования термостакана для экстракции контрольных частиц микропластика у обеих лабораторий сопоставимы, что подтверждает значительные потери частиц при

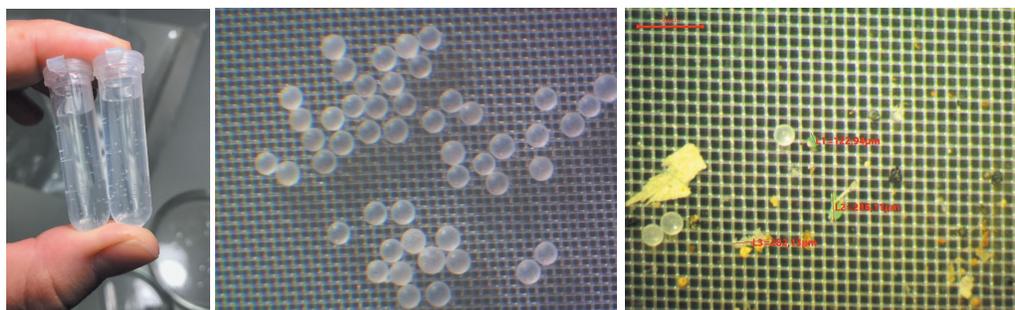


Рис. 2. Контрольные полистироловые гранулы в пробирках перед добавлением в образец грунта и на нейлоновом фильтре под микроскопом (в лаборатории ПластикЛаб), в том числе в высушенном природном образце (справа), размер ячейки фильтра 82 мкм.

Fig. 2. Reference polystyrene granules before adding to the sediment sample and on the nylon filter under microscope (in PlasticLab), with the view of dry natural sample (right), filter cell size 82 mm.

использовании данного вида посуды для отстаивания донных отложений в растворе соли.

Интересно, что выбор лабораторной посуды при плотностном разделении не сильно повлиял на распределение найденных в образце «природных» частиц микропластика по форме. Процентное соотношение волокон и фрагментов по результатам обоих экспериментов соответственно составило 86 % и 14 % в ПластикЛаб РГГМУ и 76 % и 24 % — в ИНОЗ РАН. Очевидно, это говорит о достаточной плотности используемого раствора соли, применяемого для процедуры отстаивания (в данном случае $ZnCl_2$ — 1,7—1,8 г/см³), когда большинство частиц микропластика поднимается к поверхности.

Различие в результатах оценки содержания «природного» микропластика в двух лабораториях вызвано как особенностями применяемых лабораторных протоколов (более длительное отстаивание пробы в растворе соли в лаборатории ПластикЛаб), так и различными методами полимерной идентификации частиц, когда результаты идентификации природных частиц в лаборатории ПластикЛаб оказываются выше более чем в два раза, чем в лаборатории ИНОЗ РАН при использовании одинаковой посуды (термостакана). Авторы намеренно представляют в статье эту часть исследования, делая далее упор на сравнение результатов оценки «природного» микропластика внутри каждой лаборатории (термостакан — делительная воронка, термостакан — SMI-установка). Очевидно, что сравнение результатов определения «природного» микропластика между двумя лабораториями не может быть проведено напрямую. Метод горячей иглы является распространенным и простым методом быстрой идентификации потенциальных синтетических частиц, который, с одной стороны, может недооценивать количество прозрачных частиц, а, с другой, — давать ложные положительные результаты для некоторых волокон [13]. Результаты анализа частиц в лаборатории ИНОЗ РАН при помощи флуоресцентной микроскопии при ультрафиолетовом излучении (330—385 нм) и в зеленой части спектра (510—560 нм), позволяют с большей долей вероятности утверждать, что данные частицы являются искусственными полимерами. Это следует учитывать при применении данных методов.

В ходе описанного эксперимента, как и в ходе проведенного в 2021 г. сравнительного эксперимента лабораторий региона Финского залива, несмотря на меры предосторожности, применяемые во всех лабораториях (использование стеклянной и металлической посуды, фильтрация всех жидкостей и реагентов, промывка посуды дистиллятом, использование хлопковых халатов, холостые пробы воздуха на рабочем месте и пр.) в контрольных пробах все же наблюдалась контаминация микропластиком (в первую очередь, волокнами), которую обязательно надо учитывать при подсчете общего количества микропластиковых частиц.

Проведенный эксперимент в лаборатории ПластикЛаб показал, что в сравнении с термостаканом использование делительной воронки дает лучший результат при экстрагировании контрольных частиц и «природного» микропластика из образца донных отложений. Важнейшим преимуществом использования воронки перед стаканом является возможность полного промывания использованной посуды (всей площади поверхности), что невозможно при использовании химического

стакана, когда значительная часть частиц остается на стенках и теряется при сливе супернатанта. Однако при использовании делительной воронки необходимо учитывать особенности данного вида посуды, которые могут осложнять обработку пробы грунта. Так, например, максимальная масса грунта, которую можно исследовать в воронке объемом 1000 мл составляет 100 г, так как при использовании большей массы грунта частицы осадка спрессовываются и не проходят через сливной носик. Также важен гранулометрический состав исследуемого грунта: размер частиц не должен превышать 1000 мкм, так как сливной носик не сможет пропустить гранулы большего размера. В случае крупноразмерного донного осадка можно использовать предварительное просеивание пробы через сита соответствующих размеров ячеи.

Использование SMI-установки также показало свою эффективность: при использовании термостакана для отстаивания образца в растворе соли средняя концентрация «природного» микропластика в лаборатории ИНОЗ РАН оказалась в два раза меньше. Исследования, выполненные ранее с применением данной установки другими научными группами, подтвердили эффективность метода на 95,8 % [21], а также >80 % для экстракции частиц полиэтилентерефталата и > 90 % для экстракции частиц полипропилена, полиэтилена и поливинилхлорида [25].

По результатам проведенных исследований, более высокие концентрации «природного» микропластика были зафиксированы в пробах илистого грунта (пробы № 2 и 3) при использовании делительной воронки в лаборатории ПластикЛаб РГГМУ. При использовании термостакана в обеих лабораториях не наблюдалось существенной разницы между концентрацией частиц микропластика в илистых и песчаных пробах, что также было установлено ранее в исследованиях микропластика в донных отложениях Ладожского озера [26]. При использовании SMI-установки разница между концентрациями в различных грунтах была также невелика. Таким образом, для данного исследования использование делительной воронки для плотностного отделения частиц микропластика от осадка представляется наиболее информативным методом.

Использование представленных альтернативных термостакану устройств — делительной воронки и SMI-установки имеет некоторые особенности, которые должны учитываться при работе в лаборатории. Например, при использовании воронки важен объем грунта и его гранулометрический состав, а при использовании SMI-установки необходимо учитывать ее пластиковую основу и вычитать частицы данного цвета и состава из общего количества микропластика. Рекомендовано использовать растворы солей, обладающие достаточной плотностью для выделения частиц пластика (1,7—1,8 г/см³) и при этом безопасные для окружающей среды (например, поливольфрамат натрия), а также одинаковые объемы образца и самого раствора для выделения частиц для получения сравнимых результатов.

Результаты работы подтверждают выводы, полученные в ходе сличительного эксперимента в регионе Финского залива в 2021 г., когда степень извлечения контрольных частиц из донных отложений была ниже, чем из проб воды. Тогда была показана важность нескольких важнейших методических аспектов при пробоподготовке и анализе природных образцов:

— обязательное соблюдение процедур контроля контаминации на всех этапах работы с образцами;

— важность минимизации этапов пробоподготовки, а также необходимость вымывания образца до полного его извлечения при переносе образца из одной емкости в другую.

Такое явление, как потеря частиц при увеличении этапов пробообработки, было описано ранее в [27], а в [28] подчеркивается, что недооценка количества частиц часто приводит к ошибкам, и что риск необнаружения и потери частиц в процессе обработки выше, чем риск загрязнения. При этом количество микропластика в образцах компонентов окружающей среды может быть занижено в среднем примерно на 14 % [29]. Для каждой конкретной природной матрицы (вода, донные отложения) рекомендуется выполнять тесты по извлечению частиц (контроль качества анализа) [16]. При этом обычно сложно оценить на каком именно этапе происходит искажение результата оценки содержания частиц микропластика — обработка пробы или идентификация частиц, поэтому рекомендуется анализировать образцы донных отложений в нескольких повторностях для уменьшения ошибки измерения и увеличения надежности конечной оценки.

Выводы

Результаты эксперимента по интеркалибрации методов лабораторной обработки проб донного грунта лабораториями ПластикЛаб РГГМУ и ИНОЗ РАН показали, что наименее эффективным из рассмотренных способов экстракции микропластика из среды является отстаивание грунта в термостакане, в ходе которого теряется в среднем до 40 % контрольных частиц микропластика. На основании проведенного лабораторного эксперимента и результатов, полученных ранее научными группами в регионе Финского залива и Балтийского моря, можно сделать вывод о целесообразности применения специальных видов устройств для проведения процедуры плотностного разделения, таких как, например, делительная воронка или SMI-установка для экстракции микропластика из донных отложений, которые обеспечивают:

— достаточную изоляцию образца от внешней среды (для исключения контаминации),

— эффективное извлечение супернатанта с содержащимся в ней микропластиком, исключающее потери частиц при переносе образца.

При сравнении морфологического состава определённых частиц с помощью всех перечисленных способов плотностного разделения можно сказать, что все установки, в том числе и термостакан, позволяют выделить из образца сравнимое количество как волокон, так и фрагментов, что вероятно говорит о достаточной плотности используемого раствора хлорида цинка.

Очевидно, что в отсутствие стандартов и руководящих документов по аналитической работе с образцами природной среды для определения содержания микропластика каждая лаборатория будет руководствоваться различными критериями: дешевизна и доступность оборудования, трудозатраты, возможность работы

с теми или иными устройствами и реагентами. Подбор метода пробоподготовки должен обеспечивать минимизацию загрязнения образца во время проведения исследований с одной стороны, и потери частиц — с другой. При всех существующих недостатках того или иного метода всегда должен достигаться некоторый компромисс между концентрацией реактивов, температурой выдержки и временем обработки.

Обязательны к соблюдению процедуры оценки качества (ОК) и контроля качества анализа (КК) [16], когда проводится контроль загрязнения микропластиковыми частицами на каждом этапе работы и проводятся тесты по извлечению частиц из соответствующей анализу матрицы. Пробоподготовку и лабораторный анализ необходимо проводить в условиях чистой лаборатории [16]. Чтобы улучшить сопоставимость данных разных научных групп, важно сосредоточиться на двух аспектах, которые приводят к установленным вариациям: предотвращение загрязнения пробы и снижение потерь частиц во время пробоподготовки.

Сравнение данных между различными научными группами по содержанию частиц микропластика в компонентах окружающей среды в настоящее время является крайне важной задачей для дальнейшего развития исследований в этой сфере. Для обеспечения сравнимости результатов исследований разных лабораторий, использующих разные лабораторные протоколы исследований, рекомендуется участие в межлабораторных сличительных экспериментах, которые позволяют выделить особенности использования того или иного лабораторного оборудования и оценить ошибки измерения.

Список литературы

1. Thompson R. C., Olsen Y., Mitchell R. P. et al. Lost at sea: where is all the plastic? // *Science*. 2004. Vol. 304(5672). P. 838. doi: 10.1126/science.1094559.
2. 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 // *Environmental Science and Technology*. 2012. Vol. 46(6). P. 3060–3075. doi: 10.1021/es2031505.
3. Чубаренко И. П., Есюкова Е. Е., Хатмуллина Л. И. и др. Микропластик в морской среде: монография. М.: Научный мир, 2021. 520 с.
4. Prata J. C., Da Costa J. P., Duarte A. C., Rocha-Santos T. Methods for sampling and detection of microplastics in water and sediment: A critical review // *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2019. Vol. 110. P. 150—159. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2018.10.029>.
5. Lusher A. L., Munno K., Hermabessiere L., Carr S. Isolation and Extraction of Microplastics from Environmental Samples: An Evaluation of Practical Approaches and Recommendations for Further Harmonization // *Applied Spectroscopy*. 2020. Vol. 74 (9). P. 1049—1065. <https://doi.org/10.1177/0003702820938993>.
6. Stock F., Reifferscheid G., Brennholt N., Kostianaia E. Pitfalls and Limitations in Microplastic Analyses. *Plastics in the Aquatic Environment*. Part I. The Handbook of Environmental Chemistry. 2022. Vol. 111. 496 p. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-030-65464-4_654.
7. *Microplastic contamination in aquatic environments. An Emerging Matter of Environmental Urgency / Second ed.* Ed. by Eddy Y. Zeng. 2024. 448 p. ISBN 978-0-443-15332-7. <https://doi.org/10.1016/C2022-0-00176-8>.
8. Ershova A. A., Frank Yu. A. Separation and purification of microplastics from environmental samples. *Analysis of Microplastics and Nanoplastics*. Ed.: Huahong Shi, Chengjun Sun. Springer, 2024. ISBN: 9780443157790 [In press].

9. Li J., Liu H., Chen J. P. Microplastics in freshwater systems: A review on occurrence, environmental effects, and methods for microplastics detection // *Water research*. 2017. Vol. 137. P. 362—374. doi: 10.1016/j.watres.2017.12.056.
10. Dusaucy J., Gateuille D., Perrette Y., Naffrechoux E. Microplastic pollution of worldwide lakes // *Environmental Pollution*. 2021. Vol. 284. P. 117075. doi: 10.1016/j.envpol.2021.117075.
11. Frank, Y.; Ershova, A.; Batasheva, S. et al. Microplastics in Freshwater: A Focus on the Russian Inland Waters // *Water*. 2022. Vol. 14. P. 3909. <https://doi.org/10.3390/w14233909>.
12. Yang L., Zhang Y., Kang S. et al. Microplastics in soil: A review on methods, occurrence, sources, and potential risk // *Science of The Total Environment*. 2021. Vol. 780. P. 146546. doi: 10.1016/j.scitotenv.2021.146546.
13. Hermsen E., Mintenig S. M., Besseling E., Koelmans A. A. Quality Criteria for the Analysis of Microplastic in Biota Samples: A Critical Review // *Environmental Science & Technology*. 2018. Vol. 52(18). P. 10230—10240. doi: 10.1021/acs.est.8b01611.
14. Lusher A. L., Primpke S. Finding the Balance between Research and Monitoring: When Are Methods Good Enough to Understand Plastic Pollution? // *Environmental Science and Technology*. 2023. Vol. 57(15). P. 6033—6039. <https://doi.org/10.1021/acs.est.2c06018>.
15. Primpke S., Christiansen S. H., Cowger W. et al. Critical Assessment of Analytical Methods for the Harmonized and Cost-Efficient Analysis of Microplastics // *Applied Spectroscopy*. 2020. Vol. 74(9). P. 1012—1047. <https://doi.org/10.1177/0003702820921465>.
16. Пахомова С. В., Ершова А. А., Жданов И. А., Якушев Е. В. Методы исследования загрязнения микропластиком природных вод: современное состояние и рекомендации // *Океанологические исследования*. 2024. № 52 (1). С. 80—120. [https://doi.org/10.29006/1564-2291.JOR-2024.52\(1\).5](https://doi.org/10.29006/1564-2291.JOR-2024.52(1).5).
17. ISO/FDIS 24187 «Principles for the analysis of microplastics present in the environment» <https://www.iso.org/standard/78033.html> (дата обращения: 1.03.2024).
18. AMAP Litter and Microplastics Monitoring Guidelines. Version 1.0. Arctic Monitoring and Assessment Programme (AMAP), Tromsø, Norway. 2021. 257 p. URL: <https://www.amap.no/documents/download/6761/inline>.
19. GESAMP Sources, fate and effects of microplastics in the marine environment: a global assessment / Editor: Kershaw P.J. Reports and Studies 90. 2015. 96 p.
20. HELCOM BLUES Microlitter Group: Draft guidelines on monitoring of microlitter in seabed sediments in the Baltic Sea. 2022. Document 2. <https://portal.helcom.fi/meetings/HELCOM%20BLUES%20WS%203.2-2022-999/MeetingDocuments/Forms/AllItems.aspx>. (дата обращения: 1.11.2023).
21. Coppock R. L., Cole M., Lindeque P. K. et al. A small-scale, portable method for extracting microplastics from marine sediments // *Environmental Pollution*. 2017. Vol. 230. P. 829—837. doi: 10.1016/j.envpol.2017.07.017.
22. 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 // NOAA Marine Debris Program. 2015. 31 p.
23. De Witte B., Devriese L., Bekaert K. et al. Quality assessment of the blue mussel (*Mytilus edulis*): Comparison between commercial and wild types // *Marine Pollution Bulletin*. 2014. Vol. 85(1). P. 146—155. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2014.06.006>.
24. Lusher A. L., Welden N. A., Sobral P., Cole M. Sampling, isolating and identifying microplastics ingested by fish and invertebrates // *Anal. Methods*. 2017. Vol. 9. P. 1346—1360. <https://doi.org/10.1039/C6AY02415G>.
25. Vermeiren P., Muñoz C., Ikejima K. Microplastic identification and quantification from organic rich sediments: A validated laboratory protocol // *Environmental Pollution*. 2020. V. 262. P. 114298. doi: 10.1016/j.envpol.2020.114298.
26. Иванова Е. В., Тихонова Д. А. Оценка содержания частиц микропластика в Ладожском озере // *Труды КарНЦ РАН. Серия Лимнология и океанология*. №6. 2022. С. 58—67. DOI: 10.17076/lim1582.
27. Dimante-Deimantovica I., Suhareva N., Barone M. et al. Hide-and-peek: Threshold values and contribution towards better understanding of recovery rate in microplastic research // *MethodsX*. 2022. Vol. 9. P. 101603. <https://doi.org/10.1016/j.mex.2021.101603>.

28. Cadiou, J.-F., Gerigny, O., Koren, Š. et al. Lessons learned from an intercalibration exercise on the quantification and characterization of microplastic particles in sediment and water samples // *Marine Pollution Bulletin*. 2020. Vol. 154. P. 111097. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111097>.
29. Way, C., Hudson, M. D., Williams, I. D., Langley, G. J. Evidence of underestimation in microplastic research: A meta-analysis of recovery rate studies // *Science of The Total Environment*. 2022. Vol. 805. P. 150227. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.150227>.

References

1. Thompson R. C., Olsen Y., Mitchell R. P. et al. Lost at sea: where is all the plastic? *Science*. 2004; 304 (5672): 838. doi: 10.1126/science.1094559.
2. 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. *Environmental Science and Technology*. 2012; 46(6): 3060—3075. doi: 10.1021/es2031505.
3. Chubarenko I. P., Esyukova E. E., Khatmullina L. I. et al. *Mikroplastik v morskoi srede = Microplastics in the marine environment: monograph*. Moscow: Nauchnyi mir. 2021: 520 p. (In Russ.).
4. Prata J. C., Da Costa J. P., Duarte A. C., Rocha-Santos T. Methods for sampling and detection of microplastics in water and sediment: A critical review. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 2019; (110): 150—159. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2018.10.029>.
5. Lusher A. L., Munno K., Hermabessiere L., Carr S. Isolation and Extraction of Microplastics from Environmental Samples: An Evaluation of Practical Approaches and Recommendations for Further Harmonization. *Applied Spectroscopy*. 2020; 74 (9): 1049—1065. <https://doi.org/10.1177/0003702820938993>.
6. Stock F., Reifferscheid G., Brennholt N., Kostianaia E. Pitfalls and Limitations in Microplastic Analyses. *Plastics in the Aquatic Environment. Part I. The Handbook of Environmental Chemistry*. Springer, Cham. 2022; (111). 496 p. https://doi.org/10.1007/978-0-443-15332-7_654.
7. *Microplastic contamination in aquatic environments. An Emerging Matter of Environmental Urgency*. Second ed. Ed. by Eddy Y. Zeng. 2024: 448 p. ISBN 978-0-443-15332-7. <https://doi.org/10.1016/C2022-0-00176-8>.
8. Ershova A. A., Frank Yu. A. Separation and purification of microplastics from environmental samples. *Analysis of Microplastics and Nanoplastics*. Ed. Huahong Shi, Chengjun Sun. Springer, 2024. ISBN: 9780443157790 [In press].
9. Li J., Liu H., Chen J. P. Microplastics in freshwater systems: A review on occurrence, environmental effects, and methods for microplastics detection. *Water research*. 2017; (137): 362—374. doi: 10.1016/j.watres.2017.12.056.
10. Dusaucy J., Gateuille D., Perrette Y., Naffrechoux E. Microplastic pollution of worldwide lakes. *Environmental Pollution*. 2021; (284): 117075. doi: 10.1016/j.envpol.2021.117075.
11. Frank, Y.; Ershova, A.; Batasheva, S. et al. Microplastics in Freshwater: A Focus on the Russian Inland Waters. *Water*. 2022; (14): 3909. <https://doi.org/10.3390/w14233909>
12. Yang L., Zhang Y., Kang S., Wang Z., Wu C. Microplastics in soil: A review on methods, occurrence, sources, and potential risk. *Science of The Total Environment*. 2021; (780): 146546. doi: 10.1016/j.scitotenv.2021.146546.
13. Hermsen E., Mintenig S. M., Besseling E., Koelmans A. A. Quality Criteria for the Analysis of Microplastic in Biota Samples: A Critical Review. *Environmental Science and Technology*. 2018; 52(18): 10230—10240. doi: 10.1021/acs.est.8b01611.
14. Lusher A. L., Primpke S. Finding the Balance between Research and Monitoring: When Are Methods Good Enough to Understand Plastic Pollution? *Environmental Science and Technology*. 2023; 57 (15): 6033—6039. <https://doi.org/10.1021/acs.est.2c06018>.
15. Primpke S., Christiansen S. H., Cowger W. et al. Critical Assessment of Analytical Methods for the Harmonized and Cost-Efficient Analysis of Microplastics. *Applied Spectroscopy*. 2020; 74(9):1012—1047. <https://doi.org/10.1177/0003702820921465>.
16. Pakhomova S. V., Ershova A. A., Zhdanov I. A., Yakushev E. V. Methods of microplastic pollution research of water bodies: modern state and recommendations. *Okeanologicheskie issledovaniya = Oceanological research*. 2024; 52 (1): (80—120). [https://doi.org/10.29006/1564-2291.JOR-2024.52\(1\).5](https://doi.org/10.29006/1564-2291.JOR-2024.52(1).5). (In Russ.).

17. ISO/FDIS 24187 «Principles for the analysis of microplastics present in the environment». Available at: <https://www.iso.org/standard/78033.html>
18. AMAP Litter and Microplastics Monitoring Guidelines. Version 1.0. Arctic Monitoring and Assessment Programme (AMAP), Tromsø, Norway. 2021: 257 p. Available at: <https://www.amap.no/documents/download/6761/inline>
19. GESAMP Sources, fate and effects of microplastics in the marine environment: a global assessment / Editor: Kershaw P.J. Reports and Studies 90. 2015: 96 p.
20. HELCOM BLUES Microlitter Group: Draft guidelines on monitoring of microlitter in seabed sediments in the Baltic Sea. Document 2. 2022. Available at: <https://portal.helcom.fi/meetings/HELCOM%20BLUES%20WS%203.2-2022-999/MeetingDocuments/Forms/AllItems.aspx>.
21. Coppock R. L., Cole M., Lindeque P. K. et al. A small-scale, portable method for extracting microplastics from marine sediments. *Environmental Pollution*. 2017; (230): 829—837. doi: 10.1016/j.envpol.2017.07.017.
22. 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. NOAA Marine Debris Program. 2015: 31 p.
23. De Witte B., Devriese L., Bekaert K. et al. Quality assessment of the blue mussel (*Mytilus edulis*): Comparison between commercial and wild types. *Marine Pollution Bulletin*. 2014; (85 (1): 146—155. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2014.06.006>.
24. Lusher A. L., Welden N. A., Sobral P., Cole M. Sampling, isolating and identifying microplastics ingested by fish and invertebrates. *Anal. Methods*. 2017; (9): 1346—1360. <https://doi.org/10.1039/C6AY02415G>.
25. Vermeiren P., Muñoz C., Ikejima K. Microplastic identification and quantification from organic rich sediments: A validated laboratory protocol. *Environmental Pollution*. 2020; (262): 114298. doi: 10.1016/j.envpol.2020.114298.
26. Ivanova E.V., Tikhonova D.A. Assessment of microplastic particle content in Ladoga Lake. *Trudy KarNC RAS = Proceedings of Karelian Science Centre RAS. Series Limnology and Oceanology*. 2022; (6): (58—67). DOI: 10.17076/lim1582. (In Russ.).
27. Dimante-Deimantovica I., Suhareva N., Barone M. et al. Hide-and-seek: Threshold values and contribution towards better understanding of recovery rate in microplastic research. *MethodsX*. 2022; (9): 101603. <https://doi.org/10.1016/j.mex.2021.101603>.
28. Cadiou J.-F., Gerigny O., Koren Š. et al. Lessons learned from an intercalibration exercise on the quantification and characterisation of microplastic particles in sediment and water samples. *Marine Pollution Bulletin*. 2020; (154): 111097. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111097>.
29. Way C., Hudson M. D., Williams I. D., Langley G. J. Evidence of underestimation in microplastic research: A meta-analysis of recovery rate studies. *Science of The Total Environment*. 2022; (805): 150227. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.150227>.

Сведения об авторах

Ершова Александра Александровна, канд. геогр. наук, доцент кафедры геоэкологии, природопользования и экологической безопасности, заведующая Лабораторией исследования пластикового загрязнения природной среды ПластикЛаб, Российский государственный гидрометеорологический университет, Санкт-Петербург, Россия, plasticlab.2019@gmail.com

Иванова Екатерина Викторовна, канд. геогр. наук, научный сотрудник, Институт озероведения РАН — Санкт-Петербургский Федеральный исследовательский центр РАН (ИНОЗ РАН — СПб ФИЦ РАН), Санкт-Петербург, Россия, spb.spt@mail.ru

Тихонова Дарья Алексеевна, научный сотрудник, Институт озероведения РАН — Санкт-Петербургский Федеральный исследовательский центр РАН (ИНОЗ РАН — СПб ФИЦ РАН), Санкт-Петербург, Россия, tdasha94@mail.ru

Макеева Ирина Николаевна, инженер, Лаборатория исследования пластикового загрязнения природной среды ПластикЛаб, Российский государственный гидрометеорологический университет, zelsl@mail.ru

Information about authors

Ershova Alexandra Alexandrovna, Ph.D. geogr. Sciences, Associate Professor of the Department of Geoecology, Environmental Management and Environmental Safety, Head of the Laboratory for Plastic Pollution Research PlasticLab, Russian State Hydrometeorological University, St. Petersburg, Russia, plasticlab.2019@gmail.com.

Ivanova Ekaterina Viktorovna, Ph.D. geogr. Sciences, Research Fellow, Institute of Limnology of the Russian Academy of Sciences - St. Petersburg Federal Research Center of the Russian Academy of Sciences (INOZ RAS - St. Petersburg Federal Research Center of the Russian Academy of Sciences), St. Petersburg, Russia, spb.spt@mail.ru.

Tikhonova Daria Alekseevna, researcher, Institute of Limnology of the Russian Academy of Sciences - St. Petersburg Federal Research Center of the Russian Academy of Sciences (INOZ RAS - St. Petersburg Federal Research Center of the Russian Academy of Sciences), St. Petersburg, Russia, tdasha94@mail.ru.

Makeeva Irina Nikolaevna, engineer, Laboratory for Plastic Pollution Research PlasticLab, Russian State Hydrometeorological University, zelsl@mail.ru.

Конфликт интересов: конфликт интересов отсутствует.

Статья поступила 14.05.2024

Принята в печать после доработки 02.09.2024

The article was received on 14.05.2024

The article was accepted after revision on 02.09.2024