

УДК 551.462:502.1

[https://doi.org/10.18524/2303-9914.2025.1\(46\).332733](https://doi.org/10.18524/2303-9914.2025.1(46).332733)

В. О. Ємельянов¹, чл.-корр. НАН України, доктор г-м. наук, проф.
volodyasea1990@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-8972-0754>

Є. І. Наседкін^{1,2}, канд. геол. наук, ст. дослідник, ст. наук. співроб.
nasedevg@ukr.net, <https://orcid.org/0000-0003-2633-9291>

Н. О. Федорончук^{1,3}, канд. геол. наук, доцент, ст. наук. співр.
fedoronch@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-4903-4928>

Т. С. Куковська¹, канд. геол.-мін. наук, ст. н. с., ст. наук. співроб.
t.kukovska@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-7532-8885>

¹ ДНУ «МорГеоЕкоЦентр НАН України»

вул. Олеся Гончара, 556, м. Київ, 01054, Україна

² Інститут геологічних наук НАН України

вул. Олеся Гончара, 556, м. Київ, 01054, Україна

³ Одеський національний університет імені І. І. Мечникова,
кафедра морської геології, гідрогеології, інженерної геології та палеонтології
вул. Змієнка Всеволода, 2, м. Одеса, 65082, Україна

ІДЕНТИФІКАЦІЯ МІКРОПЛАСТИКУ В ПРОБАХ ДОННИХ ВІДКЛАДІВ – ПРАКТИЧНИЙ ДОСВІД ТА ПРОБЛЕМНІ ПИТАННЯ МЕТОДИКИ ДОСЛІДЖЕНЬ

У статті розглядаються низка проблемних питань, з якими на практиці стикались фахівці Державної наукової установи «МорГеоЕкоЦентр НАН України» при дослідженнях розподілу мікропластику (МП) в донних відкладах морських акваторій, та розглянуто оптимальні шляхи їх вирішення. Якісний процес виявлення МП, включаючи процедури пробовідбору, виділення з матриці відкладів, ідентифікації під мікроскопом та підтвердження їх хімічної природи спектрометрією є доволі складним ланцюжком з низкою невизначеностей. Вирішення розглянутих в публікації питань дозволить значно підвищити інформативність отриманих матеріалів та вдосконалити слабкі місця процедури виявлення штучних полімерів в складі донних осадків.

Ключові слова: мікропластик, морські донні відклади, методологія досліджень мікропластику, ідентифікація штучних полімерів

ВСТУП

Протягом останніх років фахівцями Державної наукової установи «МорГеоЕкоЦентр НАН України» активно розвивається геоекоекологічний напрям досліджень, що акцентований на вивченні розподілу мікропластиків (МП) в донних відкладах морів, океанів та річкових систем.

Процедура відбору натурного матеріалу, як і лабораторна сфера обробки та інтерпретації отриманих зразків достатньо складна за кількістю застосованих реагентів, необхідних етапів обробки та ідентифікації частинок МП в донних

відкладах, і ґрунтується як на різних закордонних методичних керівництвах, так і відносно нетривалому практичному досвіді проведення таких робіт фахівцями установи. Зазвичай це стосується дослідження проб донних відкладів незначного обсягу, порівняння результатів для зразків з різним літологічним складом, вірогідних фрагментів МП надто дрібного розміру для верифікації тощо. В останні роки завдяки активному накопиченню нового фактичного матеріалу та досвіду досліджень в світовій практиці відбувається постійне вдосконалення міжнародних керівництв з процедури відбору та аналізу штучних полімерів в поверхневих донних відкладах акваторій (Guidance, 2023). Але, так чи інакше, неможливість підбору ідеальних умов для всього процесу, обмеженість в типах устаткування та необхідних апаратурних комплексах вимагатиме внесення оптимальних коректив в процедурні складові для покращення результативності досліджень.

Метою даного дослідження стало з'ясування проблемних питань рекомендованих методик дослідження мікропластику в донних відкладах і спроба знайти шляхи до вирішення цих питань.

МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ

Зазвичай, морські роботи по відборі зразків для визначення мікропластиків проводять в рамках усталених методичних настанов, використовуючи різноманітне устаткування, з подальшим відбором верхньої частини (0–5 см вертикального інтервалу) піднятої проби донних осадків на аналізи. Транспортування зразків відбувається охолодженими чи замороженими в алюмінієвій чи скляній тарі. Підготовка зразків включає такі етапи, як висушування при 60 °C; флотація у насиченому соляному розчині для відділення мінерального компонента від мікропластику (в нашій практиці – ZnCl_2 , зі щільністю розчину – 1,8 г/см³); обробка 35% H_2O_2 для видалення зважених органічних речовин, міжетапні промивки спиртом та дистильованою водою. Після фільтрування через поліамідні сітки з розмірами комірок 26–46 мкм, які використовувались в різних дослідженнях, проводилось виявлення потенційних фрагментів МП за відомими ознаками, відбір доступної представницької складової для верифікації на Раман-спектрометрі та перерахунку за методичними настановами.

В дослідженні аналізувались зразки донних відкладів з шельфових і глибоководних районів Чорного моря (ділянки в межах територіальних вод України, Румунії та Грузії), дельти Дунаю та тестовій площі в межах прилеглої до Антарктичного півострова акваторії Південного океану.

РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ АНАЛІЗ

Дослідження мікропластику в донних відкладах морів – відносно новий вид геоєкологічних досліджень, тому часто виникають проблемні питання застосування тієї чи іншої методики, що не дає можливість якісно зіставити ма-

теріал різних дослідників. Зокрема, однією з методологічних проблем, з якою зіткнулись фахівці ще в процесі вилучення проб з донних відкладів та консервації їх для транспортування, були різні методи пробовідбору (Guidance, 2013; Guidance, 2023).

Особливості техніки пробовідбору.

Це питання розглядалось в публікації авторів (Ємельянов, Наседкін, Куковська та ін., 2024) і стосується необхідності уніфікації засобів відбору проб для досліджень на вміст МП в поверхневому шарі донних відкладів. Методичні вказівки європейських керівництв з вилучення мікропластику з донних відкладів передбачають застосування пробовідбірників різних принципів дії, зокрема граби та корери (Guidance, 2013; Guidance, 2023). Водночас, наші експериментальні дослідження (Ємельянов, Наседкін, Куковська та ін., 2024) засвідчили, що від використання різних типів пробовідбірників суттєво залежить якість проб та результативність подальших лабораторних досліджень.

Відомо, що МП має схожу поведінку розподілу у водному середовищі з завислими речовинами низької щільності, і кількісний розподіл фрагментів штучних полімерів в донних відкладах як шельфових, так і глибоководних зон, значно корелює з відсотковим вмістом пелітової складової в зразках (Cunningham та ін., 2020). Накопичена в «намулку» основна частина фрагментів мікропластиків, значну кількість з якої складають волокна і їх фрагменти, вкрай нестійка до зовнішніх впливів і залежить від збереженості напіврідкого поверхневого шару донних відкладів. Візуальні спостереження при первинному описі зразків донних відкладів свідчать про високу вірогідність втрати частини їх верхнього, напіврідкого шару при відборі грабом в порівнянні з мультикорером (рис. 1). На це вказують зміни в складі відібраної речовини, зокрема різна ступінь обводненості та кількості дисперсної складової. Втрата при відборі грабом рідкого шару зразку, що присутній на його поверхні, на відміну від зразків, відібраних мультикорером, суттєво зменшує кількість частинок МП в пробі, тим самим дещо спотворюючи результати досліджень.



Рис. 1. Порівняння складу матриці проб донних відкладів тотожного літологічного складу, відібраних Ван-Він грабом (зліва) та мультикорером (справа). Шельф Румунії (рейс DOORS, MN240, 2023)

Узгодження кількісних показників розподілу частинок штучних полімерів при відборі донних відкладів різними засобами можливе при отриманні надійного ряду відповідних результатів порівняння засобів пробовідбору на основі спеціальних експериментальних досліджень.

Обрахунок результатів вмісту МП при різному літологічному складі донних відкладів.

Перерахунок кількості частинок МП на одиницю речовини проби проводиться, відповідно до методичних вказівок міжнародних керівництв, на вагу вологого чи сухого осаду (Guidance on Monitoring of Marine Litter in European Seas, 2013; Guidance on the Monitoring of Marine Litter in European Seas, 2023). Одночасно, наші польові та лабораторні дослідження засвідчили, що співвідношення ваги вологої проби до сухої для зразків, відібраних на ділянках шельфу з різними речовинно-генетичними типами відкладів, знаходиться у діапазоні від 1:1,3 до 1:10. При цьому збільшення співвідношення спостерігається, як правило, для проб, відібраних на більших глибинах, що контролюють насиченість поровими водами поверхневого шару осадків, обсяг «намулку» та вміст черепашково-детритового матеріалу (рис. 2).



Рис. 2. Сухі проби та співвідношення ваги вологого та сухого зразків:

- 1) мулиста проба глибоководних донних відкладів з материкового схилу з високим коефіцієнтом співвідношення вода/тверда речовина – 0,390/0,026 кг,*
- 2) проба з мілководної шельфової ділянки – 1,230/0,510 г.*

Максимальний вміст МП, зважаючи на його низьку щільність та період активної емісії в морські акваторії в останні 50 років, в більшості формується в поверхневому 1–2 сантиметровому шарі. Натомість технічні можливості пробовідбору визначаються зазвичай вилученням вертикального шару відкладів 0–5 см, що можуть представляти собою як рідкі мули так і черепашково-детритовий матеріал чи інші літологічні різновиди, співставлення перерахунку вмісту МП на які буде некоректним. Отже, варто розглядати можливість перерахунку результатів на вагу безкарбонатної речовини, з припущенням, що вона має автохтонний генезис чи горизонтальну площу відбору. Також дискусійною

залишається методика пропорційного перерахунку кількості частинок МП в пробах з різною вагою до однієї еталонної маси – якщо зменшення кількості частинок до одного показника вбачається логічним, то доцільність пропорційного збільшення залишається під питанням. Особливо це стосується категорій МП, що рідко зустрічаються (сфери, піропластики тощо).

Агрегація та біологічне/хімічне обростання частинок МП

Використання при процедурі флотації (розділення мінеральної матриці осадків і більш легких складових) сольових розчинів високої густини до $1,8 \text{ г/см}^3$ (зокрема, в наших дослідженнях – хлористого цинку) для виявлення певних видів МП високої щільності (поліуретан, поліестери тощо) значно збільшує кількість мінеральної чи органогенної речовини, що спливає разом з частинками МП (пухкі карбонатні об'єкти, значна кількість вуглеподібної речовини, органо-мінеральні агрегати, черепашки з закритими стулками, інше). Агрегованість фрагментів донних відкладів алеврито-пелітової складової може залишатись після рідинної сепарації та утримання в розчинах для видалення органіки (зокрема, H_2O_2).



Рис. 3. Закриті стулки черепашок та інші фрагменти природної речовини, що спливли в процесі флотації, мінеральна і органогенна речовина в обробленій пробі в процесі візуалізації

Це не тільки вносить певні ускладнення в процес візуальної ідентифікації та підрахунку МП і визначає потенційні втрати при підрахунку частинок штучних полімерів, що відсепаровані за щільністю. Дослідження, проведені авторами в межах берегових зон в попередні роки засвідчили (Ємельянов, Наседкін, Іванік та ін., 2024), що для зразків пляжних наносів агрегації частинок не спостерігається – вірогідно в межах таких ділянок домінують процеси механічного розділення агрегованих частинок.

Тому при компонентному розділенні проб увагу слід приділити системам деагрегації мінеральної основи зразків та якісного розділення злипих частинок. При цьому слід мати на увазі, що надмірна механічна сепарація руйнує крихкі частинки МП, а залучення луг та кислот для видалення органіки може призводити до розчинення окремих видів полімерів.

Суттєвий вплив на Раман-спектрометричне підтвердження природи зразків при замірах частинок полімерів можуть мати і фізико-хімічні зміни їх поверхні

з тривалим перебуванням в морському середовищі, а також вплив морських організмів. На рис. 4 наведено раманівський спектр зразка при збудженні випромінюванням з довжиною хвилі 457 нм. Невеликі за інтенсивністю раманівські піки на фоні інтенсивної фотолюмінісценції свідчать, що цей фрагмент є поліпропіленом (PP), а корка на поверхні, вочевидь утворена у водному середовищі в ході процесів органічної чи хімічної природи, є причиною зниження інтенсивності зворотного випромінювання з поверхні зразка. Це ж стосується й неоднозначних результатів вимірювання в різних точках поверхні певних частинок, що пов'язано з їх компонентним складом, фарбуванням, ступенем деградованості/кородованості, впливом високотемпературних процесів, вза-

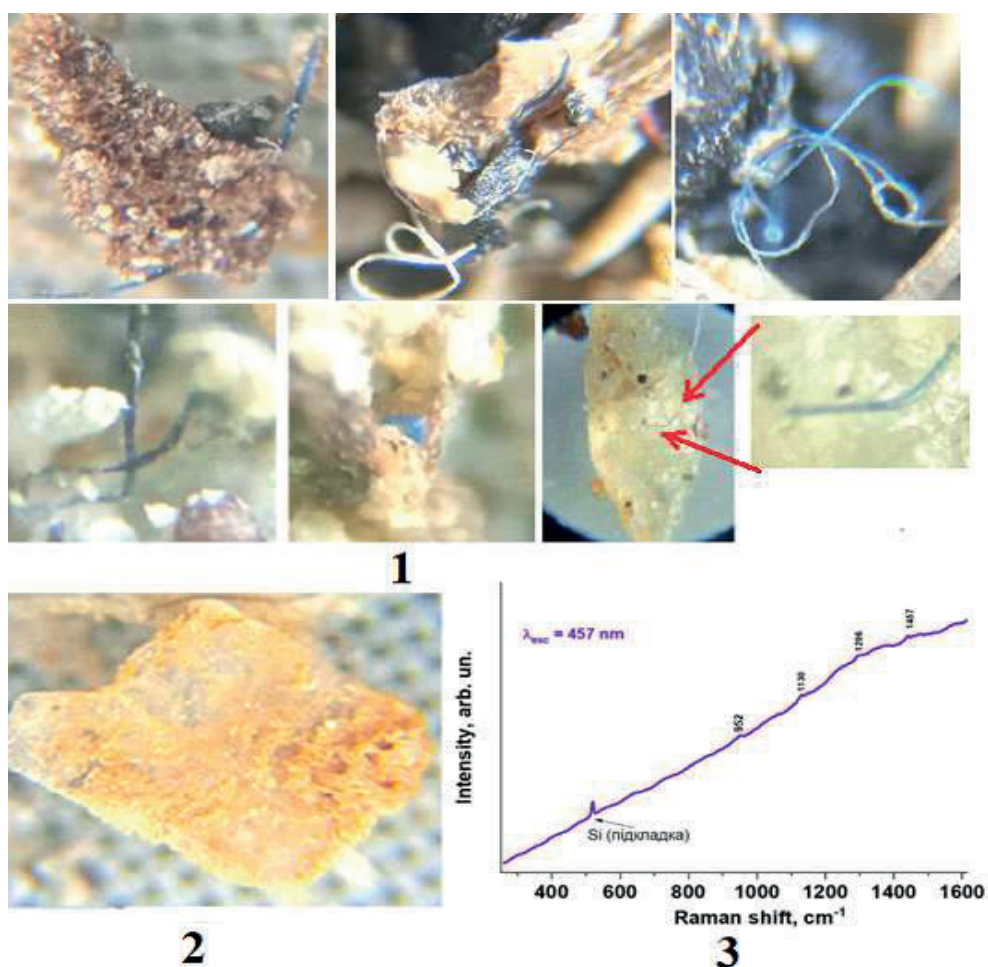


Рис. 4. Фрагменти МП-волокон, агрегованих в мінерально-органічні комплекси (1). Частинка поліпропілену (2) та її спектр (3) (підтвердження на Раман – спектрометрі) вкрита коркою хімічної чи органічної природи, що «нівелює» піки РР на спектрограмі

ємодією з органічними об’єктами тощо. Тобто, процедури верифікації спектрометрією виявлених під мікроскопом частинок не завжди є остаточними при підтвердженні природи МП.

Піропластики та їх ідентифікація

В ході досліджень в складі частинок з румунського шельфу було зафіксовано незначну частку так званих піропластиків – частинок, що за зовнішнім виглядом та морфологією відповідали вуглецевим чи біологічним фрагментам, а за фізико-хімічним складом – штучним полімерам (рис. 5, 6). Літературні джерела згадують про них (Ellrich et al., 2023), як про фрагменти похідних синтетичних полімерів, що зазнали інтенсивного температурного впливу (плавління або сильного розм’якшення) та механічної деструкції (зокрема, ерозії хвилями та вітром). Це робить їх різноманітними за формою та зовнішнім виглядом, нетиповими для критеріїв візуалізації МП, ускладнюючи процедури як відбору, так і ідентифікації.

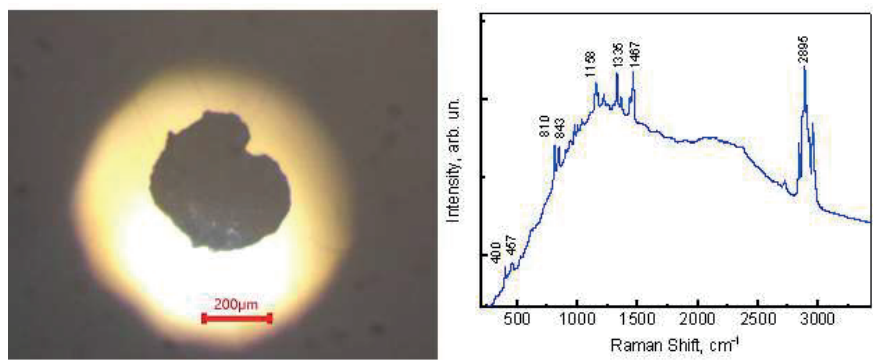


Рис. 5. Частинка, схожа на вуглецевий продукт плавлення, що проявляє в раманівському спектрі коливні смуги, характерні для поліпропілену. Фрагмент проби з румунського шельфу Чорного моря (Ietelianov et al. 2024).



Рис. 6. Безформна сіро-зелена субстанція з прозорою бульбою на кінці, в довжину перевищує 1000 мкм; бульба при збільшенні з нижньою і верхньою підсвіткою. Вірогідно натічна форма розплавленого полімеру в ґрунтову матрицю, за хімічним складом відповідає поліетилену.

Проби з окремих ділянок шельфових зон, зокрема східної частини узбережжя Чорного моря в межах територіальних вод Грузії, включають в себе достатньо великі кількості вуглецевих фрагментів різної розмірності, форми та кольору (рис. 7). При цьому, їх концентрація в поверхневому шарі в порівнянні з нижче залягаючими шарами відкладів свідчить про антропогенний генезис частинок. Вірогідно окремі з них є фрагментами згорілих пластиків, але їх врахування неможливе через відсутність візуальних ознак та складність верифікації, в тому числі проведення замірів в різних точках поверхні.

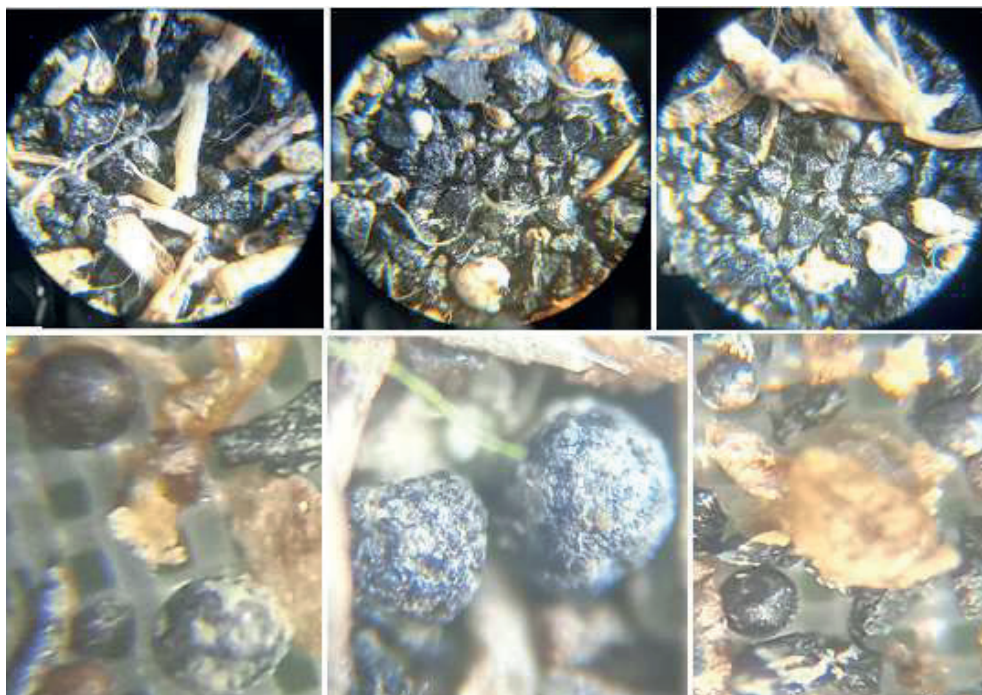


Рис. 7. Фрагменти речовини відсепарованих проб донних відкладів з шельфових ділянок грузинського узбережжя. Верхні фото демонструють загальну кількість частинок вуглецевої природи, нижні – особливості морфології певної їх частини

Проблеми апаратурної ідентифікації волокон

Однією з наймасштабніших в кількісному співвідношенні морфологічних категорій мікропластиків в донних відкладах, і одночасно найбільш проблемних при апаратурному підтвердженні є фрагменти волокон (англ. fiber, filaments) (рис. 8). Їх повсюдність, вірогідно, визначається сферами застосування та використання, зокрема в предметах одягу та розхідних матеріалах. Зокрема, це стосується мікрофібри – фрагментів тканини, виробленої з волокон

поліестеру, поліаміду й інших полімерів (з мікрОВОлокна виготовляють товари для прибирання, серветки для миття посуду, протирання чи чищення поверхонь, килимки, рушники тощо). У виробництві мікрОВОлокна можуть використовувати поліамід та поліестери одночасно в одній ниті – мікрОВОлокно видавлюють у формі подвійної нитки (внутрішня поліамідна «зірочка» і зовнішній поліестеровий контур). Останнє, між іншим, є фактором, що обумовлює неоднозначний процес визначення типу полімеру за допомогою точних методів.

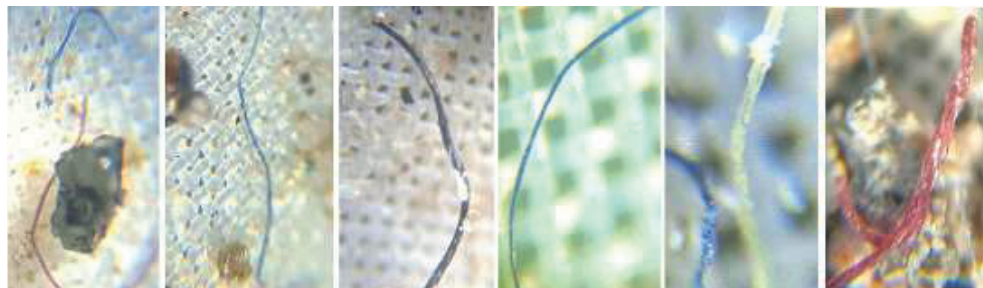


Рис. 8. Волокна різної довжини, перерізу та кольору, зафіксовані під мікроскопом при дослідженні зразків з румунського шельфу (MN240, 2023). Для порівняння розмірності – вічко фільтрувальної сітки-підкладки на перших двох зображеннях – 11 мкм, на інших – 36 мкм

Доволі складна процедура підтвердження їх природи Раман-спектроскопією обумовлюється лінійною формою об'єктів, що при відносно значній довжині мають зазвичай дуже малий переріз (в більшості 10–30 мкм), що значно затрудняє чи унеможливує фіксацію під випромінювачем прибору. Нечасті випадки якісної ідентифікації їх хімічної природи на спектрометрі, як правило, пов'язані з їх достатньою розмірністю (рис. 9). Тому для визначення видовжених частинок МП використовуються індивідуальні підходи як для візуалізації під мікроскопом, так і ідентифікації їх як полімеру. Візуалізація включає наступні критерії, представлені, як правило, у всіх методичних літературних джерелах: 1) відсутність у волокнах клітинних або органічних структур, 2) однакова товщина по всій довжині, 3) відсутність звуження до кінців і тривимірний вигин. Верифікація, в свою чергу, передбачає залучення способу «гарячої голки» – їх термічне тестування методом, який вважається доволі надійним для підрахунку синтетичних полімерів, але водночас не дає можливості підтвердити хімічний склад та віднести його до відомих категорій МП (De Witte et al., 2014). Сутність тесту полягає в тому, що під впливом дуже гарячої голки шматочки пластику розплавляються або скручуються, одночасно біологічні та інші непластикові матеріали так себе не поводитимуть. При використанні цієї техніки варто переконатися, що голка розігріта до червоного кольору та тримається якомога ближче до досліджуваної часточки.

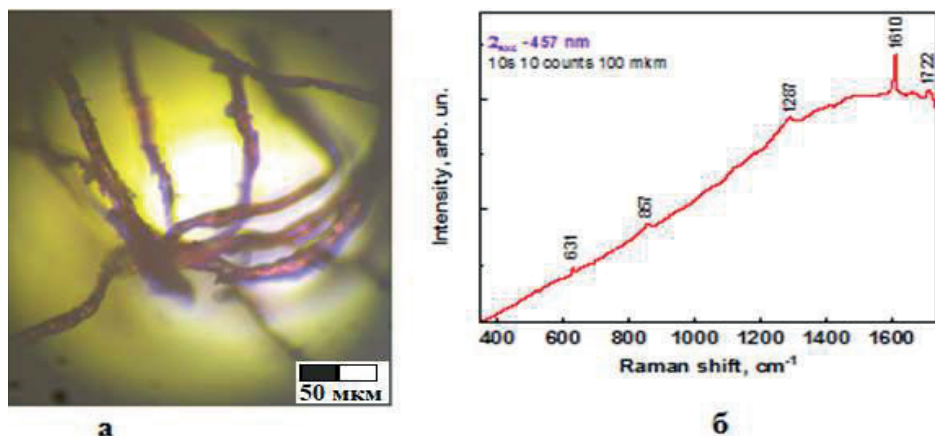


Рис. 9. Зображення червоної волосини (а) під мікроскопом, через який велася реєстрація Раманівських спектрів; Раманівський спектр (б) червоної волосини при збудженні спектра лазерним випромінюванням з довжиною хвилі 457 нм, що свідчить про її хімічний склад – поліетилен. Зразки з румунського шельфу (MN240, 2023)

Як правило, з кольорів волокон домінують синій з відтінками (35–40%) червоний з відтінками (30–35%), зелений та чорний (по 10–15%). Щодо безбарвних (прозорі, білі, матові) фрагментів лінійної форми – практика засвідчила безперспективність їх визначення під мікроскопом як потенційних частинок МП, зважаючи на факт низького ступеня (менше 10%) підтвердження їх як полімерів в ході досліджень (Iemeljanov et al., 2024). При цьому прозорих і білих матових волокон в пробах значно більше, ніж кольорових – приблизно 70% з їх загальної кількості (рис. 10).

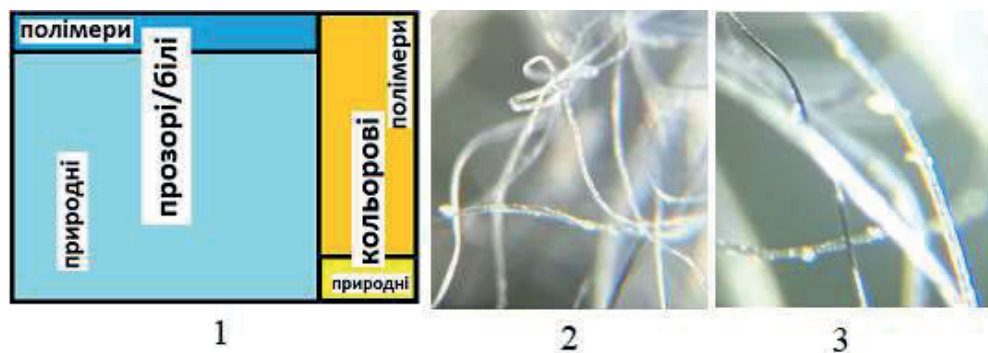


Рис. 10. Кількісний розподіл верифікованих волокон в пробі, попередньо визначених як фрагменти МП (1), прозорі і матові волокна в пробі, фото під мікроскопом. Зразки з румунського шельфу (2,3) (рейс DOORS, MN240, 2023)

Дослідження під мікроскопом свідчать, що окремі проби мають суттєвий вміст волокон різних параметрів (розмір, форма, колір тощо), що визначає їх кількісне домінування у порівнянні з іншими морфологічними типами час-

тинок (пласкі, об'ємні, сферичні). Одночасно, обмежена можливість ідентифікації волокон спектроскопічними методами залишає відкритим питання об'єктивної оцінки розподілу різних хімічних видів штучних полімерів в донних відкладах акваторій.

ВИСНОВКИ

Таким чином, для підвищення надійності та порівнянності результатів досліджень мікропластику в морських донних відкладах, **критично важливою є уніфікація методології на всіх етапах**: пробовідбору, переданалітичної підготовки зразків, ідентифікації під мікроскопом та підтвердження спектроскопією. Необхідна розробка стандартизованих протоколів, що враховують вплив літологічного складу, особливості пробовідбірників, питання переданалітичної підготовки та підтвердження спектроскопією (Раман, інфрачервона) різних морфологічних типів МП, зокрема волокон та піропластиків. Це потребує подальших експериментальних досліджень та інвестицій у високоточне аналітичне обладнання, зокрема спектрометри з підвищеними технічними характеристиками, зокрема роздільною здатністю. Вирішення цих методологічних питань дозволить отримати об'єктивніші дані про розподіл та види мікрополімерів у морських екосистемах.

ПОДЯКА

Це дослідження було підтримано проектом DOORS, що фінансується Рамковою програмою ЄС «Горизонт 2020», згідно з грантовою угодою No. 101000518.

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

Смелянов В., Наседкін Є., Іванік О., Куковська Т., Юхимчук В., Мітрофанова О. Особливості розподілу макро- та мікропластику в межах пляжевих зон внутрішньоконтинентальних морів (на прикладі пляжевої зони м. Южне, Україна). (2024). Вісник Київського національного університету імені Тараса Шевченка, Геологія. № 1(104). 2024. С. 86–98. DOI: <http://doi.org/10.17721/1728-2713.104>

Смелянов В.О., Наседкін Є.І., Куковська Т.С., Федорончук Н.О., Довбиш С.М. Результати експериментальних досліджень з порівняння ефективності морських пробовідбірників при дослідженнях вмісту мікропластику в донних відкладах. Геологія і корисні копалини Світового океану. № 2(20), 2024. С. 82–90. <https://doi.org/10.15407/gpimo2024.02.082>.

Cunningham EM, Ehlers SM, Dick JTA, Sigwart JD, Linse K, Dick JJ, Kiriakoulakis K. High Abundances of Microplastic Pollution in Deep-Sea Sediments: Evidence from Antarctica and the Southern Ocean. *Environ Sci Technol*. 2020 Nov 3;54(21):13661–13671. doi: 10.1021/acs.est.0c03441. Epub 2020 Oct 21. PMID: 33086791.

De Witte, B.; Devriese, L.; Bekaert, K.; Hoffman, S.; Vandermeersch, G.; Cooreman, K.; Robbens, K. (2014). Quality assessment of the blue mussel (*Mytilus edulis*): Comparison between commercial and wild types. *Marine Pollution Bulletin*, 85(1):146–155.

Ellrich JA, Ehlers SM, Furukuma S, Pogoda B, Koop JHE (2023) Characterization of three plastic forms: Plasticconcrete, plastimetal and plastisessiles. *Science of The Total Environment* 895:165073. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.165073>.

Guidance on Monitoring of Marine Litter in European Seas (2013). MSFD Technical Subgroup on Marine Litter. Publications Office of the European Union. <https://mcc.jrc.ec.europa.eu/documents/201702074014.pdf>

Guidance on the Monitoring of Marine Litter in European Seas (2023). An update to improve the harmonised monitoring of marine litter under the Marine Strategy Framework Directive. Publications Office of the European Union, Luxembourg. <https://doi.org/10.2760/59137>.

Iemelianov, V., Nasiedkin et al. (2024). Exploring the microplastics distribution in the bottom sediments of the western Black Sea. *Visnyk of Taras Shevchenko National University of Kyiv. Geology* 4(107)/2024, 104–113. <http://doi.org/10.17721/1728–2713.107.13>.

REFERENCES

Iemelianov V., Nasiedkin Ye., Ivanik O., Kukovska T., Yukhymchuk V., Mitrofanova O. (2024). Osoblyvosti rozpodilu makro- ta mikroplastyku v mezhakh pliazhevykh zon vnutrishnokontynentalnykh moriv (na prykladi pliazhevoi zony m. Yuzhne, Ukraina). (Distribution of macro- and micro-plastics within the beach zones of intercontinental seas (case study for Yuzhne city, Ukraine)). *Visnyk of Taras Shevchenko National University of Kyiv. Geology*. N1(104). 86–98. DOI: <http://doi.org/10.17721/1728–2713.104>

Iemelianov, V. O., Nasiedkin, Ye. I., Kukovska, T. S., Fedoronchuk, N. O., Dovbysh, S. M. (2024). Rezultaty eksperymentalnykh doslidzhen z porivniannia efektyvnosti morskyykh probovidbirnykiv pry doslidzhenniakh vmistu mikroplastyku v donnykh vidkladakh. (Results of experimental research comparing the efficiency of marine samplers in researching the content of microplastic in bottom sediments). *Geology and Mineral Resources of World Ocean*. N2(20). 82–90. <https://doi.org/10.15407/gpimo2024.02.082>.

Cunningham, E. M., Ehlers, S. M., Dick, J. T. A., Sigwart, J. D., Linse, K., Dick, J. J., Kiriakoulakis K. (2020). High Abundances of Microplastic Pollution in Deep-Sea Sediments: Evidence from Antarctica and the Southern Ocean. *Environ Sci Technol*. 2020 Nov 3;54(21):13661–13671. doi: 10.1021/acs.est.0c03441. Epub 2020 Oct 21. PMID: 33086791.

De Witte, B. Devriese, L.; Bekaert, K. Hoffman, S. Vandermeersch, G. Cooreman, K. Robbens, K. (2014). Quality assessment of the blue mussel (*Mytilus edulis*): Comparison between commercial and wild types. *Marine Pollution Bulletin*, 85(1):146–155.

Ellrich, J. A., Ehlers S. M., Furukuma, S., Pogoda, B., Koop, J. H. E. (2023). Characterization of three plastic forms: Plasticconcrete, plastimetal and plastisessiles. *Science of The Total Environment* 895:165073. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.165073>.

Guidance on Monitoring of Marine Litter in European Seas (2013). MSFD Technical Subgroup on Marine Litter. Publications Office of the European Union. <https://mcc.jrc.ec.europa.eu/documents/201702074014.pdf>

Guidance on the Monitoring of Marine Litter in European Seas (2023). An update to improve the harmonised monitoring of marine litter under the Marine Strategy Framework Directive. Publications Office of the European Union, Luxembourg. <https://doi.org/10.2760/59137>.

Iemelianov, V., Nasiedkin, Ye et al. (2024). Exploring the microplastics distribution in the bottom sediments of the western Black Sea. *Visnyk of Taras Shevchenko National University of Kyiv. Geology* 4(107)/2024, 104–113. <http://doi.org/10.17721/1728–2713.107.13>.

Надійшла 21.05.2025

V. O. Iemelianov¹,
Ye. I. Nasiedkin^{1,2},
N. O. Fedoronchuk^{1,3},
T. S. Kukovska¹,

¹ MariGeoEcoCenter of the NAS of Ukraine

55b Olesia Honchara St, Kyiv, 01054, Ukraine

² Institute of Geological Sciences of the NAS of Ukraine

55b Olesia Honchara St, Kyiv, 01054, Ukraine

³ Odesa I. I. Mechnikov National University,

Department of Marine Geology, Hydrogeology, Engineering Geology and
Paleontology

2 Zmiiienka Vsevoloda St, Odesa, 65082, Ukraine

IDENTIFICATION OF MICROPLASTICS IN SEAFLOOR SEDIMENT SAMPLES – PRACTICAL EXPERIENCE AND PROBLEM ISSUES OF RESEARCH METHODOLOGY

Abstract

Problem Statement and Purpose. In recent years, specialists of the State Scientific Institution “MorGeoEcoCenter of the NAS of Ukraine” have been actively developing a geoeological research direction that focuses on studying the distribution of microplastics (MP) in the seafloor sediments of the seas, oceans and river systems. The procedure for selecting natural material, as well as the laboratory sphere of processing and interpretation of the obtained samples, is quite complex in terms of the number of reagents used, the necessary stages of processing and identification of MP particles in bottom sediments, and is based both on various foreign methodological guides and relatively short practical experience of conducting such work by the institution’s specialists. Usually this concerns the study of small-volume bottom sediment samples, comparison of results for samples with different lithological composition, probable MP fragments too small for verification, etc. In recent years, due to the active accumulation of new factual material and research experience in world practice, international guidelines on the procedure for the selection and analysis of artificial polymers in surface seafloor sediments of water areas have been constantly improved. The purpose of this study was to clarify the problematic issues of the recommended methods for studying microplastics in seafloor sediments and to try to find ways to solve these issues.

Data & Methods. Typically, marine sampling for microplastics (MP) is carried out within the framework of established methodological guidelines, using a variety of equipment, with subsequent sampling of the upper part (0–5 cm vertical interval) of the raised bottom sediment sample for analysis. Samples are transported chilled or frozen in aluminum or glass containers. Sample preparation includes such stages as drying at 60 °C; flotation in a saturated salt solution to separate the mineral component from microplastics (in our practice – ZnCl_2 , with a solution density of 1.8 g/cm³); treatment with 35% H_2O_2 to remove suspended organic matter, interstage washing with alcohol and distilled water. After filtering through a polyamide mesh with a cell size of 26–46 μm (used in various studies), potential MP fragments were identified by known characteristics, an available representative component was selected for verification on a Raman spectrometer and recalculation according to methodological guidelines. The study analyzed bottom sediment samples from the shelf and deep-

water areas of the Black Sea (areas within the territorial waters of Ukraine, Romania and Georgia), the Danube Delta and a test area within the waters of the Southern Ocean adjacent to the Antarctic Peninsula.

Results. This paper addresses critical issues in sampling techniques, data calculation, particle aggregation, and instrumental identification, all impacting reliable MP assessments. A significant problem is sampling. Our studies show sampler type (e.g., grab vs. multicorer) impacts sample quality. Grab samplers often lose the semi-liquid top layer, where low-density MP, like fibers, accumulate, distorting results. Correlation coefficients are needed to harmonize data. Calculating MP content is also complex due to varying lithology and wet/dry ratios. We propose basing calculations on non-carbonate substance weight or horizontal sampling area for accuracy, noting proportional extrapolation from small samples is debated. Moreover, aggregation and biofouling of MP particles during lab processing complicate visual identification and cause underestimations. High-density solutions can co-flotate mineral/organogenic matter. Mechanical de-fragmentation might damage fragile MP, while chemicals can dissolve polymers. Instrumental identification, notably with Raman spectroscopy, is hampered by physicochemical changes to MP surfaces, reducing signal intensity. Fibers, a widespread MP, are challenging due to their small cross-section (10–30 μm), often relying on less specific “hot needle” tests. Pyrolastics also present unique identification issues. In conclusion, robust and comparable MP research urgently demands methodological standardization. This includes unified sampling protocols, refined calculation methods, effective aggregation solutions, and overcoming instrumental identification limits. Continued experimental research and investment in advanced analytical equipment are essential for objective plastic pollution assessments.

Keywords: microplastics, marine sediments, microplastic research methodology, identification of artificial polymers

ACKNOWLEDGMENT. This research was supported by DOORS, an EU Horizon 2020 project funded under the Framework Programme for Research and Innovation under grant agreement No. 101000518.