



YER ÜSTÜ SULARINDA MİKROPLASTİKLER, ETKİLERİ VE KONTROL YÖNTEMLERİ PROJESİ



SUCUL EKOSİSTEMLERDE MİKROPLASTİK KİRLİLİĞİ İZLEME VE DEĞERLENDİRME KILAVUZU

Kasım 2022



TÜM CANLILAR TEHDİT ALTINDA...
FARKINA VARALIM!



TOB SU YÖNETİMİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ

Su Yönetimi Genel Müdürü Afire SEVER
Su Yönetimi Genel Müdürü Yrd. Mustafa UZUN
Daire Başkanı Mahir ÖZCAN
Sibel Mine GÜÇVER
Gülnur ÖLMEZ
Aybala KOÇ ORHON
Burcu CÖMERT
Deniz ÖZTÜRK

Rehberi Hazırlayan Ekip Liderleri:

Prof. Dr. Ülkü Nihan Tavşanoğlu - Çankırı Karatekin Üniversitesi, Fen Fakültesi
Doç. Dr. Ülgen Aytan - Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi, Su Ürünleri Fakültesi
Dr. Olgaç Güven - Akdeniz Üniversitesi, Su Ürünleri Fakültesi
Dr. İbrahim Tan - TÜBİTAK-MAM BYİDS Deniz Araştırmaları ve Teknolojileri AG
MPLAST Proje Ekibi

TOB Su Yönetimi Genel Müdürlüğü tarafından Yüklenici TÜBİTAK MAM BYİDS Deniz Araştırmaları ve Teknolojileri Araştırma Grubu'na hazırlattırılmıştır.

Her hakkı saklıdır. Bu doküman ve içeriği Su Yönetimi Genel Müdürlüğü'nün izni alınmadan kullanılamaz ve çoğaltılamaz.

Kapak Resim:@mg.biz.tr

TÜM CANLILAR TEHDİT ALTINDA...
FARKINA VARALIM!

İÇİNDEKİLER

TABLO DİZİNİ	2
ŞEKİL DİZİNİ	2
1 GİRİŞ.....	3
2 AMAÇ.....	4
3 MİKROPLASTİKLERİN ÖRNEKLEMESİ.....	6
4 MİKROPLASTİK ANALİZİ	13
5 MİKROPLASTİKLERİN FİZİKSEL VE KİMYASAL KARAKTERİZASYONU	18
6 MİKROPLASTİKLERİN ÜZERİNE ADSORBE OLAN KİMYASALLARIN TESPİTİ.....	21
7 KALİTE KONTROL ve GÜVENCE	25
8 RAPORLAMA.....	27
9 MİKROPLASTİK KAYNAKLI KİMYASAL KİRLİLİĞE YÖNELİK DEĞERLENDİRMELER	35
KAYNAKLAR.....	36
EKLER: Laboratuvar ve Saha Çalışmalarında Kullanılacak Formlar ve Raporlama Matbu Belgeler	37

TABLO DİZİNİ

Tablo 2-1 AB Direktifleri ve Bölgesel Deniz Sözleşmelerinde deniz çöplerinin değerlendirilmesi	5
Tablo 2-2 DSÇD deniz çöpleri tanımlayıcı 10 kriter ve göstergeleri	5
Tablo 3-1 Standart mikropplastik örneklemede kullanılabilecek ekipmanlar	7
Tablo 4-1 Yoğunluk ayrımı ile mikropplastiklerin ayırımında yaygın olarak kullanılan çözeltiler	15
Tablo 5-1 Deniz çöplerin boyut aralıkları	19
Tablo 5-2 Yaygın polimerlerin yoğunlukları (Enders vd., 2015 ve Crawford ve Quinn, 2017'den uyarlanmıştır) ve yaygın olarak kullanılan yüzdürücü solüsyonların yoğunlukları (Sodyum klorür, Sodyum tungstat dihidrat ve tümü 1,40 g/cm ³ üzeri) (Frias vd., 2018).....	20
Tablo 6-1 Mikropplastikler üzerinde adsorblanan mikrokirleticilerin analizi ile ilgili yapılan çalışmalar.....	22
Tablo 8-1 Mikropplastik kirliliğinin tespitine yönelik kullanılan araç-gereçler, değerlendirme alınan türler ve örnekleme sürecine dair raporlanması gerekli parametreler	28

ŞEKİL DİZİNİ

Şekil 3.1 Örnekleme Noktası Seçimi	6
Şekil 3.2 Farklı Mikropplastik Örneklemede kullanılabilecek ekipmanlar	7
Şekil 3.3 Farklı Mikropplastik Örneklemede kullanılabilecek ekipmanlara örnekler	8
Şekil 3.4 Örnekleme kepçeleri. a) Nöston kepçesi (Sea-Gear corp.), b) Manta kepçesi (KC-Denmark)	9
Şekil 3.5 Aynı süre örnekleme yapılan farklı göz açıklığına sahip manta kepçeleri: a) 330 µm, b) 100 µm (Fotoğraf: ©Ü.N. Tavşanoğlu, 2020).....	9
Şekil 3.6 Sediman örnekleyicileri, a) Ekman dip kepçesi, b) Van Veen kepçesi.....	11
Şekil 3.7 a) KC-Denmark Kajak Corer (REF), b-c) Arazi örnekleme (Fotoğraf: ©Ü.N. Tavşanoğlu, 2020).....	11
Şekil 4.1 Biyolojik içeriği yüksek örneklerde mikropplastik analizi ön işlemleri.....	14
Şekil 4.2 Sediman örneklerinde mikropplastik yüzdürme işlemleri (Fotoğraf: ©Ü. Aytan, 2021).....	16
Şekil 4.3 Biyota sindirim kanalından biyolojik materyalin oksidatif kullanılarak uzaklaştırılması (Fotoğraf: ©Ü. Aytan, 2022).....	17
Şekil 5.1 Sucul ortamda sıkça rastlanılan mikropplastik tipleri (Fotoğraf: ©Ü. Aytan, 2022)	19
Şekil 6.1 Ekstraksiyon, saflaştırma (veya fraksiyonlama), konsantrasyon ve enstrümantal analiz.....	24

1 GİRİŞ

Son yüzyıldaki yoğun kentleşme, sanayi, ulaştırma, turizm gibi ekonomik, toplumsal ve birbirleriyle etkileşim halinde olan faaliyetler dikkate alındığında, kıyı alanları önemli kullanım alanlarından biri haline gelmiştir. Sucul ekosistemlerin sunmuş olduğu servis ve hizmetler değerlendirildiğinde plastik çöpler ekosistemi olumsuz yönde etkileyen önemli faktörlerden biridir. Her yıl, çoğunluğu plastik olan milyonlarca ton çöp çeşitli yollarla tatlı sulara ve denizlere girmektedir. Yüzey sularında biriken farklı boyut (makro ve mikro) ve sınıflardaki (plastik, cam, vb.) çöplerin sucul yaşamı olumsuz yönde etkilediği pek çok bilimsel çalışma ile gösterilmiştir. İçerisinde bulunduğumuz çağ, insan faaliyetlerinin en yüksek düzeyinde olması nedeniyle Antroposen Çağı olarak ifade edilmektedir ve plastik kirliliği de yüksek insan faaliyetlerinin en önemli göstergelerinden birisidir.

20. yüzyılda günlük hayatın neredeyse tüm alanlarında gözlemlenen yoğun plastik kullanımının temel nedenleri arasında plastiklerin hafif oluşları, kolay işlenebilirlikleri, her alana uygulanabilirlikleri, dayanıklılıkları ve düşük maliyetli olmaları yer almaktadır. Çeşitli sektörlerde kullanılabilen plastikler zaman içerisinde gerçekleşen fiziksel, kimyasal ve biyolojik süreçler sonucunda “mikroplastik” olarak adlandırılan daha küçük parçalara ayrılmaktadır. Oluşum şekline göre mikroplastikler iki grupta değerlendirilmektedir. Kozmetik sanayi, boya sanayi, ilaç sanayi ve tekstil sektörü gibi çeşitli alanlarda kullanılmak üzere mikroskobik boyutta üretilen ya da yüzey sularına girmeden önce üretim, bakım ya da kullanım amacıyla bu boyuta indirilen plastikler birincil mikroplastikler olarak adlandırılmaktadır.

Zaman içerisinde fiziksel, kimyasal ve biyolojik faktörlerin etkisi ile büyük boyuttaki plastik atıkların yapısal bütünlüğünün bozulmasına bağlı olarak parçalanması ile ortaya çıkan mikroskobik

boyuttaki plastikler ise ikincil mikroplastikleri oluşturmaktadır. Yüzey sularında bulunan mikroplastiklerin olası kaynakları nehirler, kanalizasyon, yerleşim bölgelerinde altyapının bir parçası olan yağmur kanalları, arıtma sistemlerinin deşarjları ve atmosferik taşınım şeklinde sıralanmaktadır. Belirtilen potansiyel kirlenici kaynakları göz önüne alındığında, yüzey sularında mikroplastik yoğunluklarının uzun süreli izlenmesine yönelik çalışmaların havza ölçeğinde değerlendirilmesi önem arz etmektedir.

Günümüzde sucul ekosistemler üzerine önemli baskı oluşturan plastik sorununun boyutlarının ve kaynaklarının belirlenmesi, çözüm önerilerinin geliştirilmesi ve plastiklerin oluşturduğu baskının azaltılması büyük önem arz etmektedir. Küresel ölçekte endişe yaratıcı boyutlara ulaşan bu kirlilik kaynağının sucul ekosistemlerdeki durumunun ortaya koyulması, kaynakların belirlenmesi ve “iyi ekolojik durumun” sucul ortamlarda sağlanması kapsamında hem ulusal hem de uluslararası mevzuatlar oluşturulmuştur.

2 AMAÇ

Yerüstü sularında (nehir, geçiş suyu, kıyı suyu ve sediman) doğru bir değerlendirme yapılabilmesi için izlenecek parametrenin standart yöntemler uygulanarak yapılması ve bir izleme stratejisinin oluşturulması gereklidir. Bu kapsamda, nehir, geçiş suyu, kıyı suyu, sediman ve biyota üzerinde mikroplastiklerin tespiti ve zamana bağlı değişiminin takibini sağlayacak standart yöntemlerin derlendirildiği kılavuz hazırlanmıştır. Mikroplastiklerin izlenmesine yönelik önerilen yöntemler Avrupa Komisyonu ve uluslararası saygın kuruluşlar tarafınca kabul edilen kılavuzlar ve yönetmelikler değerlendirilerek tasarlanmıştır. Bu sayede önerilen yöntemlerin kullanılması ile ulusal izlemeler kapsamında elde edilecek veri ve sonuçların uluslararası platformda kullanılabilmesi ve karşılaştırılabilmesi sağlanacaktır.

Çöplerinin azaltılması ve önlenmesi kapsamında ele alınan ulusal ve uluslararası mevzuatlar aşağıda özetlenmiştir.

Yönetmeliklerin çoğu deniz ortamlarındaki çöplere yönelik olup, Tablo 2-1’de sözleşmeler ve değerlendirmeleri sunulmuştur. Deniz Çerçeve Direktifi’nde deniz çöpleri tanımlayıcı 10 olarak ele alınmıştır. Hedefi, denizel atıklar nedeni ile oluşan olumsuz etkilerin giderilmesi ve denizel atıkların kaynaklarının tespiti sonrasında sorunun kaynaktan çözümünün sağlanmasıdır.

Bu kapsamda, iyi çevresel durum (İÇD) hedeflerine ulaşılması sürecinde tanımlayıcı 10’a dair takip edilmesi istenilen iki kriter ve ilgili dört adet gösterge Tablo 2-2’de özetlenmiştir.

Deniz çöpleri diğer iyi çevresel durum (İÇD) tanımlayıcılarından;

T1: Biyoçeşitlilik,

T3: Ticari Balık ve Kabuklular,

T4: Besin Ağı ve

T6: Deniz Tabanı Bütünlüğü ile de ilişkilidir.

Ancak, plastik kirliliği ve mikroplastikler değerlendirilmesinde yüzey sularını kapsayan nehirler, kıyı suları ve iç sulara yönelik bir yönetmelik bulunmamaktadır.

Tablo 2-1 AB Direktifleri ve Bölgesel Deniz Sözleşmelerinde deniz çöplerinin değerlendirilmesi

Direktif / Bölgesel Sözleşme	Deniz Çöpleri Değerlendirmesi
DSÇD’de Tanımlı Özellikler	- Kıyıya taşınan/vuran çöplerin miktarındaki değişim (kaynak, içerik ve mekansal dağılım) - Su kolonundaki ve deniz tabanındaki çöplerin miktarındaki değişim - Mikro partiküllerin miktarı, dağılımı ve kompozisyonundaki değişim - Deniz canlıları tarafından tüketilen çöplerin miktarı ve kompozisyonu
IMAP UNEP/MAP (2015 & 2016) (Integrated Monitoring Andassessment Programme- United Nations Environment Programme / Mediterranean Action Plan- Entegre İzleme ve Değerlendirme Programı - Birleşmiş Milletler Çevre Programı / Akdeniz Eylem Planı) <i>Ortak ve Aday göstergelerle izleme</i>	- Kıyıya vuran ve/veya biriken katı atık miktarlarındaki yönelim (kompozisyon, alansal dağılım ve mümkün olan durumlarda kaynak analizleri) - Su kolonundaki ve deniz tabanındaki katı atık miktarının yönelimi - Sindirilen veya deniz memelileri, deniz kuşları ve deniz kaplumbağaları gibi hareket halindeki denizel organizmalara takılan katı atık miktarındaki yönelim (EO10)
BSC (2016) (The Black Sea Commission-Karadeniz Komisyonu) <i>Yaklaşımı</i>	- Deniz çöplerinin miktarı, deniz canlıları (özellikle catecean) üzerindeki etkilerin tespiti ve en aza indirilmesi. - Su ve sediman için gösterge ve hedeflerin geliştirilmesi
OSPAR (Oslo and Paris Conventions-Oslo ve Paris Sözleşmeleri) <i>Yaklaşımı</i>	- Ana hedef deniz çöplerinin etkilerinin takibi olup izlemeler bu nedenle yapılır. 3 matriste çalışılır: Sahil/plajlar, deniz tabanı, deniz kuşları (fulmar) midesi. Bu göstergeler ile miktar ve yönelim takibi hedeflenir.
HELCOM (Baltic Marine Environment Protection Commission- Baltık Deniz Çevre Koruma Komisyonu) Yaklaşımı	Baltık Denizi için Bölgesel Eylem Planı oluşturulmuştur (2015)

Tablo 2-2 DSÇD deniz çöpleri tanımlayıcı 10 kriter ve göstergeleri

Kriter – Gösterge	Açıklama
Kriter 10.1. Denizel ortam ve sahil bölgelerinde atıkların karakteri	
Gösterge 10.1.1 Sahil Bölgelerindeki Atıklar	Sahil bölgelerinde biriken denizel atıkların miktarı, içeriği, zamana bağlı değişimine yönelik trendin takibi ve eğer mümkün ise kaynağının tespiti.
Gösterge 10.1.2. Denizel Ortamda Bulunan Atıklar	Su kolonunda (deniz yüzeyinde bulunan atıklar da dahil olmak üzere) bulunan ve deniz zemininde birikmiş olan atıkların içeriği, alansal dağılımı ve eğer mümkün ise kaynağının tespiti.
Gösterge 10.1.3 Mikroplastikler	Mikro-parçacıkların (özellikle mikroplastikler) miktar, dağılım ve eğer mümkün ise içeriğinin tespiti.
Kriter 10.2. Atıkların denizel yaşama etkisi	
Gösterge 10.2.1 Atıkların Biyota üzerine etkisi	Denizel canlılar tarafından besin zannedilerek alınan denizel atıkların miktar ve içeriğine yönelik eğiliminin takibi

3 MİKROPLASTİKLERİN ÖRNEKLEMESİ

3.1 Örneklemme Noktası Seçimi

Bütüncül bir havza yönetimi perspektifiyle örneklemme noktasının seçimi sucul ekosistemlerin sürdürülebilirliği açısından su kütlesinin özelliklerinin belirlenmesinde kritik bir öneme sahiptir. Bu nedenle örneklemme noktalarının seçimi hem ulusal hem de uluslararası yönetmeliklerde tanımlanmaktadır (ör. SÇD, MSÇD). Yerüstü suları nehirler, göller, geçiş suları ve kıyı suları olarak tanımlanmaktadır ve mikroplastik kirliliğine yönelik her bir su kategorisi özellikleri dikkate alınarak bir örneklemme stratejisi belirlenmelidir. Örneklemme noktalarının seçiminde temel yaklaşım izleme alanının tümünü temsil edici nitelikte seçilmiş noktalar olmasıdır. Bu seçim çalışmanın amacına, zamansal uygunluğa ve bütçeye göre değişkenlik gösterebilmektedir (Şekil 3.1).

Nehir sistemi içerisinde referans koşulları yansıtabilecek en az iki istasyonun seçilmesi karşılaştırmaların yapılabilmesi için önemlidir. Bir göl ekosisteminde çalışılması durumunda ise derinlik, göle girdi-çıkışı, kıyı uzunluğu gibi batimetri özelliklerin mutlaka değerlendirilmesi gereklidir (Aydın ve Erdoğan, 2020). Ancak, seçilecek noktalar karşılaştırılabilir ve istatistiksel yöntemlerin kullanılabilmesine olanak tanıyabilecek kesinlikte ve güvenilirlikte olmalıdır. Bu aşamada örneklemelerin zamansal veya tekrarlı bir şekilde yapılması araştırmadan elde edilecek verinin analizini güçlendirecektir. Mikroplastiklere yönelik yapılacak çalışmaların hipotezlerine göre farklı ekipman ihtiyaçları ortaya çıkabilir, ancak standart bir mikroplastik örneklemesi Tablo 3-1'de sunulan ekipmanlar kullanılmaktadır.

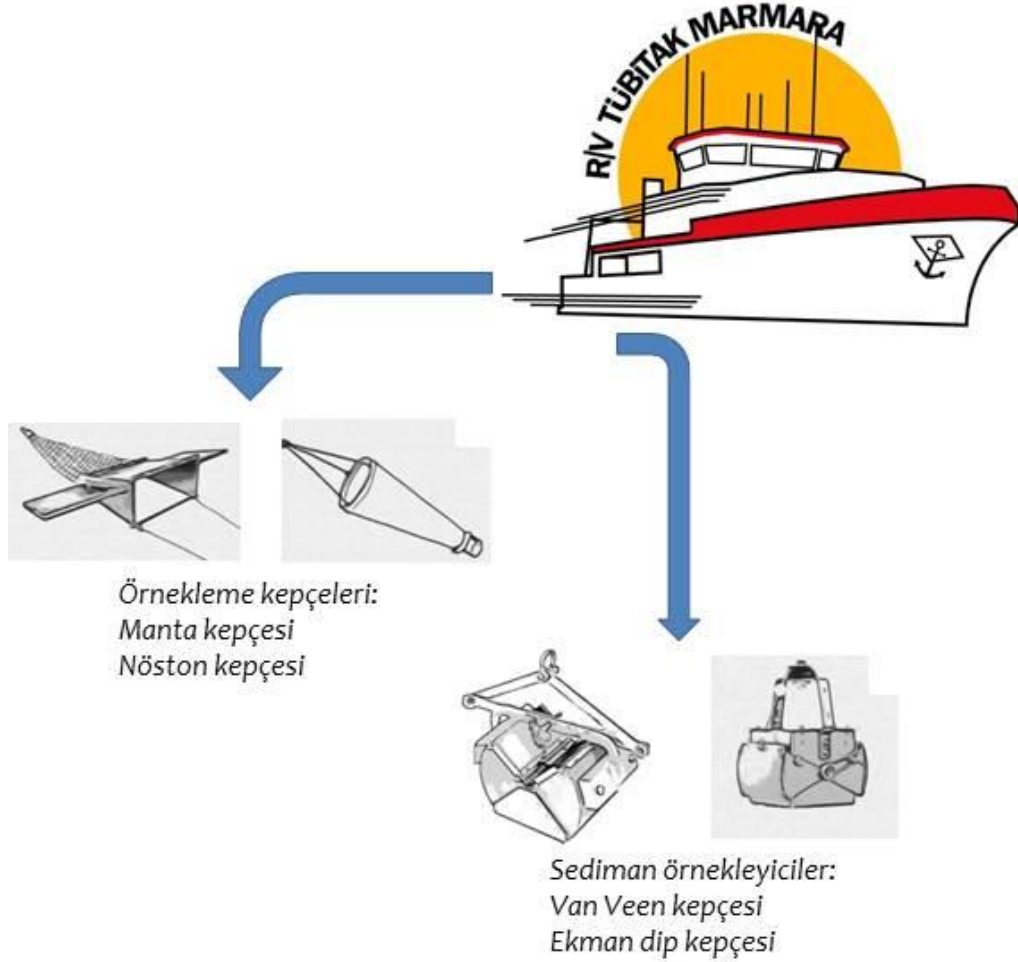
Zamansal çözünürlük	• Örneklemme sıklığı (ör: aylık, mevsimlik, yıllık)
Alansal çözünürlük	• Örneklemme birimlerinin boyutları (ör: transekt mesafesi)
Örnek/ekolojik çözünürlük	• Örnek toplama kriterleri (ör: plastik tipleri veya boyutları)

Şekil 3.1 Örneklemme Noktası Seçimi

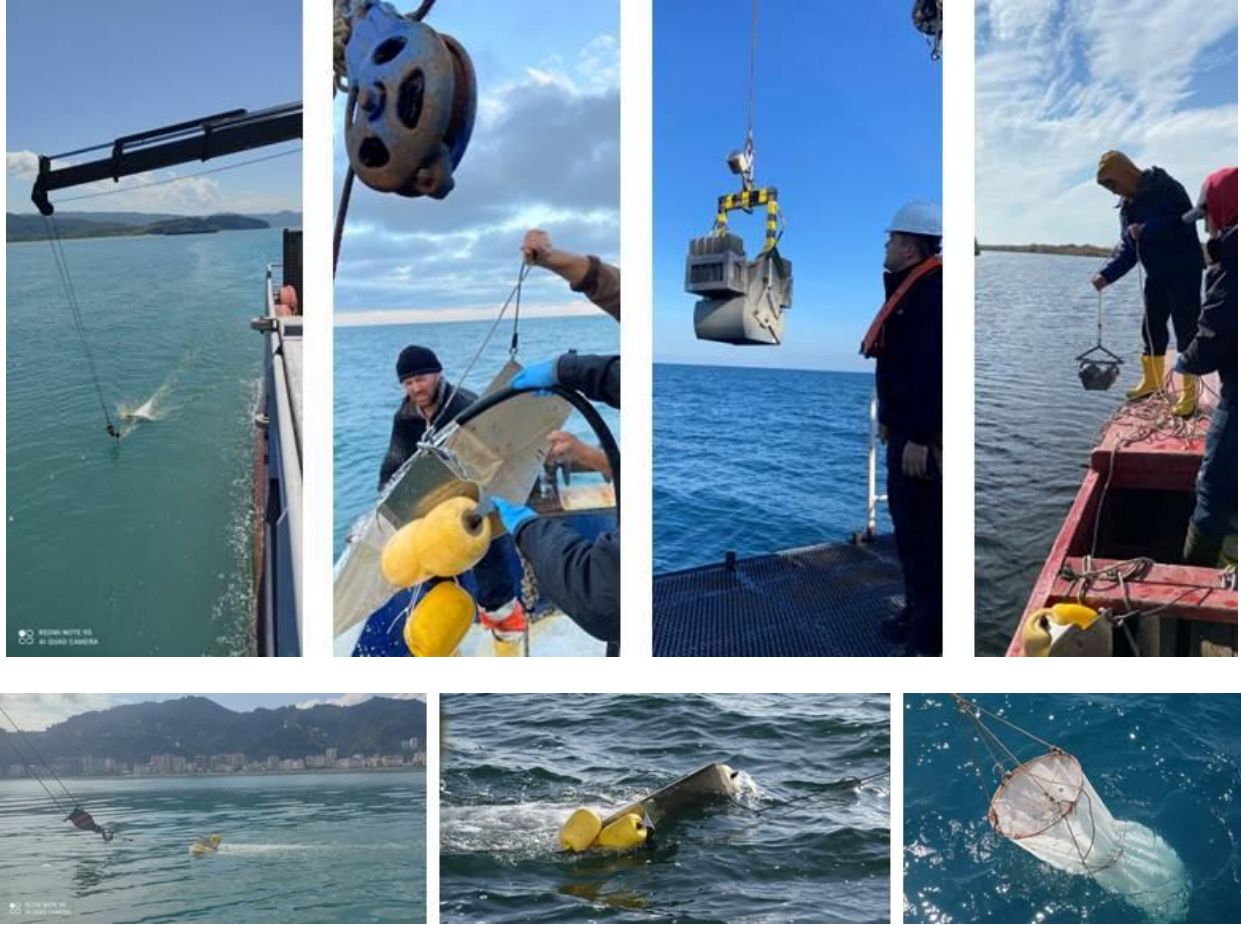
Örneklemme noktalarının seçiminde insan baskısı, arazi kullanım özellikleri ile biyolojik ve hidromorfolojik baskılar da dikkate alınmalıdır. Örneğin, bir nehir sisteminde örneklemme yapılması durumunda farklı habitat koşullarının veya farklı morfolojik değişimlerin olduğu alanlar değerlendirilmelidir.

Tablo 3-1 Standart mikropplastik örneklemesinde kullanılabilecek ekipmanlar

Örnekleme ekipmanı	Genel ihtiyaçlar
Kepçeler (Manta, nöston vb.)	Pens, spatul, makas, maket bıçağı
Metal kova	Alüminyum folyo
Vakum pompası ve motor	Cam kalem, etiket
Metal elekler (farklı göz açıklıklarında)	Eldiven, piset, ölçekli kap
Akış ölçer (flowmeter)	Kilitli poşet
Boy çizmesi	Kafa lambası
Örnek şişeleri	Hava koşullarına uygun kıyafet



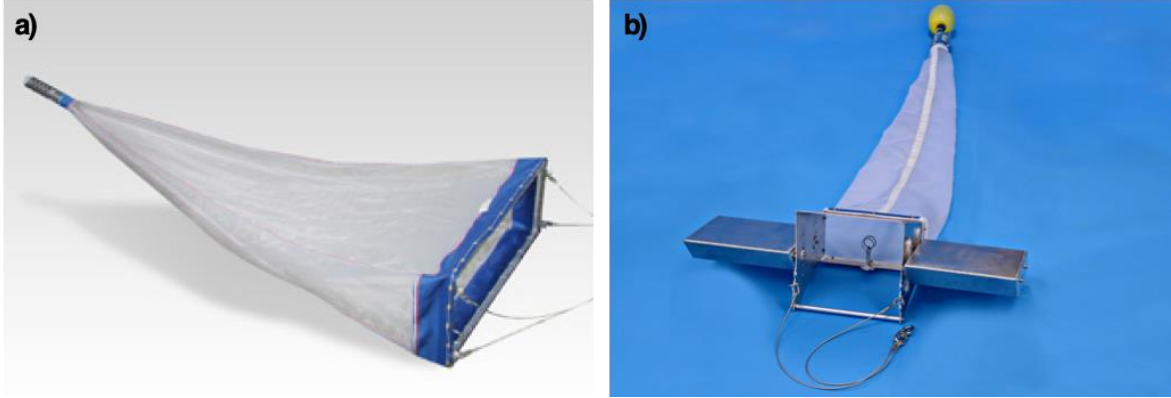
Şekil 3.2 Farklı Mikropplastik Örneklemesinde kullanılabilecek ekipmanlar



Şekil 3.3 Farklı Mikroplastik Örneklemesinde kullanılabilecek ekipmanlara örnekler
(Fotoğraf: ©TÜBİTAK MAM Deniz AG, 2022)

3.2 Sucul Ortamlarda Mikroplastik Örnekleme Yöntemleri

Çalışılacak olan su kütlesinin özelliklerine ve çalışmanın amacına göre örnekleme yöntemi ve kullanılacak olan ekipmanlar değişkenlik göstermektedir (Razeghi vd., 2021). Yüzey sularında mikroplastik örneklemesi kapsamında nöston kepçeleri ve manta ağları en yaygın olarak kullanılan ekipmanlardır (Prata vd., 2019). Bu kepçelerin ortak özelliği dikdörtgen ağız açıklığına sahip olmasıdır (Şekil 3.4).



Şekil 3.4 Örneklem kepeçleri. a) Nöston kepeçsi (Sea-Gear corp.), b) Manta kepeçsi (KC-Denmark)

Mikroplastik örneklemelerinde bu iki kepeç dışında literatürde Bongo ve plankton kepeçsinin de kullanıldığı çalışmalar görülmektedir. Ancak, genel olarak yuvarlak ve geniş bir ağız açıklığına sahip olan bu tip kepeçler özellikle tekne ile örneklem yapılması esnasında güçlük oluşturabilmektedir. Kepeçler dışında pompa kullanılarak da mikroplastik örneklemesi yapmak mümkündür. Pompaların kullanımı düşük bir efor ile yüksek miktarda su geçişine olanak vermesine karşılık pompa kullanılarak yapılan örneklemelerde dışarıdan enerji ihtiyacının olması bir kısıt yaratmaktadır. Pompa dışında kompozit su örnekleyicileri (ör. Niskin vb.) kullanılarak örnek toplanması mümkündür. Ancak, bu örnekleyiciler ile daha düşük miktarda su alınabildiği için bir dezavantaj söz konusudur.

Mikroplastik örneklemelerinde kullanılan ağların göz açıklıkları 53 μm 'den 3000 μm 'ye kadar değişkenlik göstermektedir. Ancak çeşitli kılavuzlar (ör: MSFD, BASEMEN vb.) ve çalışmalar incelendiğinde 330/333 μm göz açıklığına sahip ağların en yaygın oldukları tespit edilmiştir. Daha küçük göz açıklığına sahip ağların kullanıldığı çalışmalar görülmelerine karşılık özellikle iç sularda organik madde yükünün fazla olmasıyla ilişkili olarak hızlı bir şekilde gözeneklerin tıkanma riski

bulunmaktadır (Şekil 3.4). Bu nedenle, çalışmanın amacına göre kepeç göz açıklığı tercih edilmelidir. Ancak, fiber ve benzeri mikroplastik tipleri daha büyük göz açıklığına sahip kepeçlerden geçebilmektedir (Prata et al., 2019). Bu nedenle, çalışmanın amacına göre kepeç göz açıklığı tercih edilmelidir.

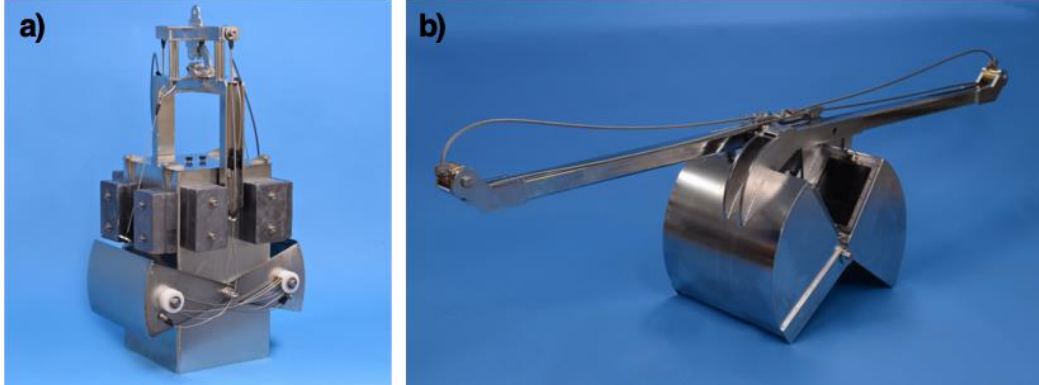


Şekil 3.5 Aynı süre örneklem yapılan farklı göz açıklığına sahip manta kepeçleri: a) 330 μm , b) 100 μm (Fotoğraf: ©Ü.N. Tavşanoğlu, 2020).

Kepçe ile örnekleme yapılması durumunda suyun akış yönüne karşı çekim yapılmalıdır ve bu esnada kepçeden geçen suyun hacminin belirlenmesi amacıyla kepçeye monte edilen akış ölçerler kullanılabilir. Üretici firmaların akış ölçerler için kendi kullanım kılavuzlarında yer verdiği hesaplamalardan faydalanılarak kepçeden geçen suyun hacmi belirlenebilir (ör. KC-Denmark flow meter, General Oceanics vb.). Ancak bu çekimler esnasında teknenin sabit bir hızla hareket etmesine ve rüzgar hızının ise 3 knot'tan daha yüksek olmamasına özen gösterilmelidir. Şiddetli dalga veya rüzgar tekneyle yapılan örnekleme esnasında manta veya nöston'un yüzeyde kalmasını güçleştireceği için örneklerin uygun şekilde toplanabilmesini engelleyebilecektir. Manta veya nöstonla örnek toplama süresi hava koşulları ve suyun berraklığı (askıda katı madde miktarı ve chl-a yoğunlukları) gibi *in-situ* faktörlere bağlı olarak 10 ila 60 dakika arasında değişkenlik gösterebilmektedir. Ancak, istasyonlar arasında karşılaştırmaların yapılabilmesi için alanın trofik yapısı göz önünde bulundurularak standart bir örnekleme süresinin belirlenmesi çalışmanın değerlendirilmesini kolaylaştıracaktır. Bu bağlamda, "Yerüstü Sularında Mikroplastikler, Etkileri ve Kontrol Yöntemleri Projesi" kapsamında istasyonlar arasında karşılaştırmayı sağlayacak en uygun yatay çekim süresinin 10 dakika olarak belirlenmesi uzman görüşü olarak uygun görülmüştür. Örnekleme istasyonları arasındaki çevresel değişkenliğin belirlenmesi mikroplastik konsantrasyonu ile ilişkilendirilirken kolaylık sağlayabilecektir. Bu nedenle günümüzde düzenli kalibrasyonları yapılan çoklu ölçer (multi-prob) cihazlar yardımıyla su sıcaklığı, tuzluluk, iletkenlik, oksijen, bulanıklılık, klorofil-a, askıda katı madde miktarı gibi parametreler de çalışmanın amacına göre kayıt altına alınabilir.

3.3 Sedimanda Mikroplastiklerin Örnekleme Yöntemleri

Mikroplastiklerin nehir yatağındaki birikimi rüzgar veya dalga gibi çeşitli çevresel faktörler ve hidrolojik koşulların etkisinden dolayı homojen bir dağılım göstermez. Dolayısıyla, elde edilecek sonuçlar gel-git alanı, geçiş bölgesi, transekt, derinlik gibi örnekleme alanıyla doğrudan ilişkilidir. Bir nehir sisteminde yapılacak olan mikroplastik kirliliğine ilişkin bir çalışmada kıyıda paslanmaz çelik kürek, elek gibi malzemeler kullanılarak doğrudan sediman örnekleme mümkündür. Ancak, sedimandaki mikroplastik yükünün daha hassas bir şekilde belirlenmesi aşamasında ilk 10 cm'lik kısmı örnekleyecek paslanmaz çelik Ekman-Birge (Şekil 2.5a), Van Veen kepçeleri (Şekil 2.5b) kullanılırken, kıyı sularında genel olarak çalışılan bölgeyi temsil edecek nitelikte tekrarlı bir şekilde örnekleme yapılmalıdır. Kıyı sedimanında mikroplastik kirliliğinin araştırılmasında her 100 metrede 11 sediman örneği (tekrar) alınması önerilmesine karşılık, Deniz Stratejisi Çerçeve Direktifi'ne göre 1-5 cm arası üst katmandaki sediman örneklerinin 5 tekrarlı alınması önerilmektedir (MSFD, technical report, Akdoğan vd., 2020).



Şekil 3.6 Sediman örnekleyicileri, a) Ekman dip kepçesi, b) Van Veen kepçesi

Plastik kirliliğine ilişkin geçmişten günümüze kadar birikimin değerlendirilmesi pek çok ülkede olduğu gibi ülkemizde de yeterli verinin olmamasından nedeniyle oldukça güçtür. Ancak dip sedimanı için karot örnekleyiciler (Şekil 3.6, Şekil 3.7) kullanılarak stratigrafik belirteçler yardımıyla sedimandaki mikroplastik yoğunluğundaki değişimler tespit edilebilmektedir (Turner vd., 2019; Almas vd., 2022). Sediman örnekleri (~25g) cam şişeler

içerisinde taşınabilir ancak yaklaşık 20-30 cm kalınlığında bir sediman profilinden elde edilecek örneklerin cam şişeler ile taşınması esnasında kırılma riski oldukça yüksektir. Alternatif olarak, alınan sediman kesitinin kalınlığına uygun olacak şekilde plastik içeriği bilinen steril kilitli poşetler kullanılabilir (Razeghi vd., 2021; Almas vd., 2022).



Şekil 3.7 a) KC-Denmark Kajak Corer (REF), b-c) Arazi örnekleme (Fotoğraf: ©Ü.N. Tavşanoğlu, 2020)

3.4 Biyotada Mikroplastik Örnekleme Yöntemleri

Mikroplastiklerin sucul biyota üzerine etkilerinin araştırılması kapsamında Su Çerçeve Direktifi'nin biyota örnekleme yaklaşımı kullanılarak örnekler toplanmalıdır. Sucul canlılar içerisinde örnekleme yapılacak olan balıklar için bilimsel amaçlı kullanılan farklı göz açıklıklarına sahip solungaç ağları kullanılabilir.

Arazi örnekleme sırasında toplanan balıkların beslenme özelliklerine göre mikroplastikleri tüketme kapasitelerinin de ortaya konabilmesi amacıyla türlerinin tespiti önemlidir. Bunun dışında, balık örnekleme esnasında toplanan balık örneklerin boy ve ağırlıklarının da kayıt altına alınması çalışmaların devamında önemli bilgiler sunabilecektir.

Tüm bu işlemler yapıldıktan sonra çalışılacak yapılar uygun fiksatifler kullanılarak muhafaza edilir.

Biyotanın diğer önemli grubu içerisinde değerlendirilen makroomurgasızlar da SÇD'ye göre arazi koşullarına göre Surber kepçesi, kick-net vb. ekipmanlar kullanarak örnekleme yapılır. Ardından tüm örnekler herhangi bir kontaminasyon veya bozulma olmaması amacıyla etanol ilave edilerek muhafaza edilir. Ancak, mikroplastiklerin vektör rolünün değerlendirilmesi aşamasında biofilm kompozisyonu incelenecek ise ortam suyu veya Fosfat Buffer Çözümleri (PBS) kullanarak laboratuvara ulaştırılmalıdır.

Zooplankton örnekleme sırasında genel olarak su örnekleme ekipmanları kullanılarak belirli bir hacmi (~40 l) alındıktan sonra örnekler 25 µm gözenek çapından geçirilir ve 50 ml'lik kahverengi cam şişelere aktarılır. %4'lük lügol kullanılarak örneklerin fiksasyonu gerçekleştirilir.

4 MİKROPLASTİK ANALİZİ

4.1 Mikroplastiklerin İzolasyonu (Laboratuvar ön işlemleri)

Mikroplastiklerin örnekleme sonrası laboratuvardaki ön işlemleri için gerekli laboratuvar malzemeleri ve reaktifler aşağıda özetlenmiştir.

Materyal

Cam petri kapları

Cam beherler

Metal pensler

Vakum pompası ve filtrasyon kiti

Filtreler: cam mikrofiber veya nitrat selüloz

Etüv

Laminar Akış kabini (mümkün değilse hava kontaminasyonunun minimuma indirildiği eş değer çalışma ortamı)

Reaktifler (Biyolojik materyalin uzaklaştırılması ve mikroplastiklerin yüzdürülmesi için)

Hidrojen peroksit (%30) çözeltisi

Potasyum hidroksit (%10 (w/V)) çözeltisi

Sodyum iyodür (1.8 g/cm^3)

Sodyum klorür

Cam kirliliği

Nitrik asit (%1) solüsyonu

Yıkama ve durulama

Ultra saf su

Su Yüzeyi / Su Kolonu

Su yüzeyi ve su kolonunda örnekler genellikle 333 μm göz açıklığına sahip manta/nöston kepçeleri ya da herhangi bir seçiciliği olmayan pompa ya da örnekleme şişeleri ile yapılmaktadır.

Manta kepçesi ile yüksek hacimde su süzülebilirken, özellikle yüzey sularında biyolojik içerik yüksek olabilmektedir. Aksine, pompa ve su şişeleri ile daha az hacimde su örneği süzülmemekte ve organik içeriği kepçelere göre daha düşük olmaktadır.

Mikroplastik örneklerinin ön işlemleri örneğin ne şekilde toplandığına bağlı olarak değişmekle beraber, öncelikle su örnekleri laboratuvara getirildiklerinde filtrasyon süresini kısaltmak ve fiziksel karakterizasyonu kolaylaştırmak için 5 mm göz açıklığına sahip çelik eleklerden geçirilirler (Şekil 4.1). Eğer örnek makro alg, su bitkisi, dal vb. yapılar içeriyorsa bu yapılar pens ile tutularak elek üzerinde ultra saf su ile tek tek dikkatlice yıkanarak üzerlerine yapışmış olabilecek mikroplastiklerin elek üzerinde toplanması sağlanır. Bu büyük boyutlu içerik uzaklaştırıldıktan sonra elek altında kalan su numunesinin organik içeriği düşük ise numuneler direkt olarak filtre (örneğin GF/C 1.2 μm /gözenek ve $\varnothing=47 \text{ mm}$), Anodisk veya nitrat selüloz membran filtre üzerine süzülüp, etiketlenmiş bir petri kabı içinde etüvde ($< 40^\circ\text{C}$) kurutulabilir.

Sonrasında bu örnekler doğrudan stereomikroskopta veya başka bir cihaz (örneğin Raman veya mikro-FTIR) ile analizine kadar saklanabilirler. Eğer su örneği organik içeriği (fitoplankton zooplankton, yumurta ve larva) doğrudan incelemeye izin vermeyecek kadar yüksek ise 5 mm elek altında kalan numuneler 20-100 μm filtreler kullanılarak önceden filtrelendir ve filtre içeriği ultra saf su yardımı ile dikkatlice cam behere aktarılır. (Ultra saf su olmaması durumunda saf su 0,2 μm 'lik kartuj filtreden geçirilerek kullanılabilir).



Şekil 4.1 Biyolojik içeriği yüksek örneklerde mikroplastik analizi ön işlemleri
(Fotoğraf: ©Ü. Aytan, 2021)

Örneklerden biyolojik materyali uzaklaştırmak için çeşitli reaktifler kullanılmaktadır. Burada amaç özellikle pH değişimine hassas polimerlere mümkün olduğunca zarar vermeden, yüksek verimlilikte mikroplastik geri kazanımı ile biyolojik materyali uzaklaştıracak (eritecek) bir kimyasal kullanmaktır. Biyolojik içeriği düşük örneklerde gerekmesi durumunda % 10'luk H_2O_2 eklenebilir. Ancak, Biyolojik içeriği yüksek örneklerin üzerine katalizör olarak 20 ml 0,05 M Demir(II) sülfat çözeltisi ve 20 ml % 30'luk H_2O_2 eklenmesi uygun görülmektedir (Şekil 4.2). Bu işlemi takiben gerekli görülmesi durumunda hipersalin çözelti ilavesi ile mikroplastiklerin yüzdürülerek örnekten daha kolay uzaklaştırılması sağlanabilir. Yoğunluk temelli ayırma işlemi, özellikle daha yoğun inorganik parçaların giderilmesi için kullanışlıdır ve karakterizasyon adımlarının verimliliğini artırmaktadır. Yoğunluk ayırımı, sodyum klorür

çözeltisiyle veya çinko klorür, sodyum iyot, sodyum bromür veya sodyum politungstat gibi daha yoğun çözeltilerle gerçekleştirilebilir (Gago vd., 2018). Yoğunluk ayırımı olarak adlandırılan bu işlem için kullanılan solüsyonlar aşağıda Tablo 2.4'de verilmektedir. Çalışmanın amacı PVC, PET ve diğer yoğun polimerleri toplamak ve tanımlamaksa, sodyum klorür çözeltisi yerine daha yoğun çözeltiler tercih edilmelidir. Güncel çalışmalarda düşük maliyeti ve düşük toksisitesi dolayısıyla yaygın olarak kullanılan yüzdürücü NaCl ($1,2 \text{ g/cm}^3$) solüsyonudur. Yüzdürme işlemi takiben örnekler cam süzme sistemi ile 47 mm'lik filtreler kullanılarak ve ultra saf ile yıkanarak süzülür. Petri kabına aktarılan filtrelerin ağzı kapatılarak $<40^\circ\text{C}$ sıcaklıkta etüvde kuruması sağlanır. Stereo-mikroskop altında mikroplastiklerin sayımları ve fiziksel karakterizasyonları gerçekleştirilir.

Tablo 4-1 Yoğunluk ayrımı ile mikroplastiklerin ayırımında yaygın olarak kullanılan çözeltiler

Kimyasal formüller	Reaktif adı	Yoğunluk (g/cm ³)	Toksosite
NaCl	Sodyum klorür	1,0-1,2	düşük
Na ₂ WO ₄ ·2H ₂ O	Sodyum tungstat dihidrat	1,40	düşük
NaBr	Sodyum bromür	1,37-1,40	düşük
3Na ₂ WO ₄ ·9WO ₃ ·H ₂ O	Sodyum politungstat	1,40	düşük
Li ₆ (H ₂ W ₁₂ O ₄₀)	Lityum metatungstat	1,6	orta
ZnCl ₂	Çinko Klorür	1,6-1,8	yüksek
ZnBr ₂	Çinko Bromür	1,71	yüksek
NaI	Sodyum iyodür	1,80	orta

Sediman

Analizden önce oda sıcaklığında çözdürülmeye bırakılan sediman örnekleri 2 lt'lik cam beherler içerisinde homojenize edildikten sonra mililitre ve gram cinsinden miktarları kaydedilmelidir. Tartımları gerçekleştiren örneklerden yoğunluk ayrımı uygulanarak mikroplastiklerin uzaklaştırılması için ultra saf su ile hipersalin NaCl (1.2 g/cm³) solüsyonu hazırlanır. Bu adımda kullanılan diğer hipersalin çözeltiler Tablo 2.4'de verilmiştir. Tuzdan kaynaklı kontaminasyonu önlemek adına solüsyon 0,2 µm por çaplı filtreden süzülüp kullanıma hazırlanmalıdır. Homojenize edilen sediman örneklerine örnek hacminin 3 katı hacimde hipersalin tuzlu su solüsyonu eklenip metal bir kaşık ile örnekler birkaç dakika karıştırılmalı ve en az 1 saat süre ile sedimanın çökmesi beklenmelidir (Şekil 4.2). 1 saatin sonunda yüzen partikülleri içeren solüsyon 10 µm göz açıklığındaki elekten süzülüp elek üzerinde kalan tüm materyal cam kavanoz içerisinde bir

sonraki işlem basamağına geçene kadar ağzı alüminyum folyo ile kapalı şekilde muhafaza edilmelidir. Yüzdürme işlemi sedimandan mikroplastik geri kazanımını maksimuma çıkarmak amacıyla her bir örnek için en az 3 defa tekrarlanmalıdır. Yoğunluk ayrımı aşamasını takiben sedimanın organik içeriğine balı olarak Islak Peroksit Oksidasyonu ile örnekten organik maddenin uzaklaştırılması aşamasına geçilebilir. Örnekler 10 µm'lik elekten geçirilip, ultra saf su ile yıkanarak tuz ve örneğin sulu kısım uzaklaştırılır, takiben her 50 ml örneğe 60 ml %10'luk H₂O₂ çözeltisi eklenir. Örnekler 24-48 saat boyunca reaksiyon tamamlanana kadar oda sıcaklığında ağızları alüminyum folyo ile kapalı olarak bekletilir. Bu işlemi takiben örnekler cam süzme sistemi ile 47 mm'lik filtreler kullanılarak ve ultra saf ile yıkanarak süzülür. Petri kabına aktarılan filtrelerin ağzı kapatılarak <40°C sıcaklıkta etüvde kuruması sağlanır. Stereo-mikroskop altında mikroplastiklerin sayımları ve fiziksel karakterizasyonları gerçekleştirilir.



Şekil 4.2 Sediman örneklerinde mikroplastik yüzdürme işlemleri (Fotoğraf: ©Ü. Aytan, 2021)

Biyota

Son yıllarda mikroplastik araştırmalarında kaydedilen ilerlemelere rağmen, biyotadaki mikroplastik seviyelerini tespit etmek için kullanılan yöntemler büyük ölçüde değişiklik sergilemektedir ve hala analiz yöntemlerinde standardizasyon sağlanamamıştır. Bu kılavuzda biyotada (balık ve omurgasızlar) mikroplastiklerin izlenmesinde kullanılan en yaygın ve güvenilir metot verilmektedir (Bessa vd., 2018).

Laboratuvara getirilen balıkların toplam boy ve ağırlıkları ölçülüp ultra saf su ile dış yüzeylerine yapışmış olası mikroplastikler yıkandıktan sonra, hava kontaminasyonunun minimum olduğu bir ortamda (tercihen laminar akış kabini) sindirim kanalının (gastrointestinal sistem) çıkarılması için özefagustan anüse kadar olan kısım makas ve pens yardımıyla bütünlüğünün bozulmasına izin verilmeksizin nazıkçe çıkarılır (Lusher vd., 2013; Baalkhuyur vd., 2018). Omurgasızlarda sindirim kanalının çıkarılamaması durumunda (ör. midye) yumuşak dokunun tamamı çıkarılmalı ve analiz edilmelidir. Çıkarılan gastrointestinal sistem ya da

yumuşak doku tartılıp ultra saf su ile yıkanarak, direkt olarak analiz edileceklerin de içi ultra saf su ile temizlenen cam viyallere daha sonra analiz edileceklerse alimünyum folyoya yerleştirilerek analiz zamanına kadar -20°C' deki derin dondurucuda saklanmalıdır. Analiz öncesinde sindirim kanalları dondurucudan çıkarılarak oda sıcaklığında çözünmeye bırakılır.

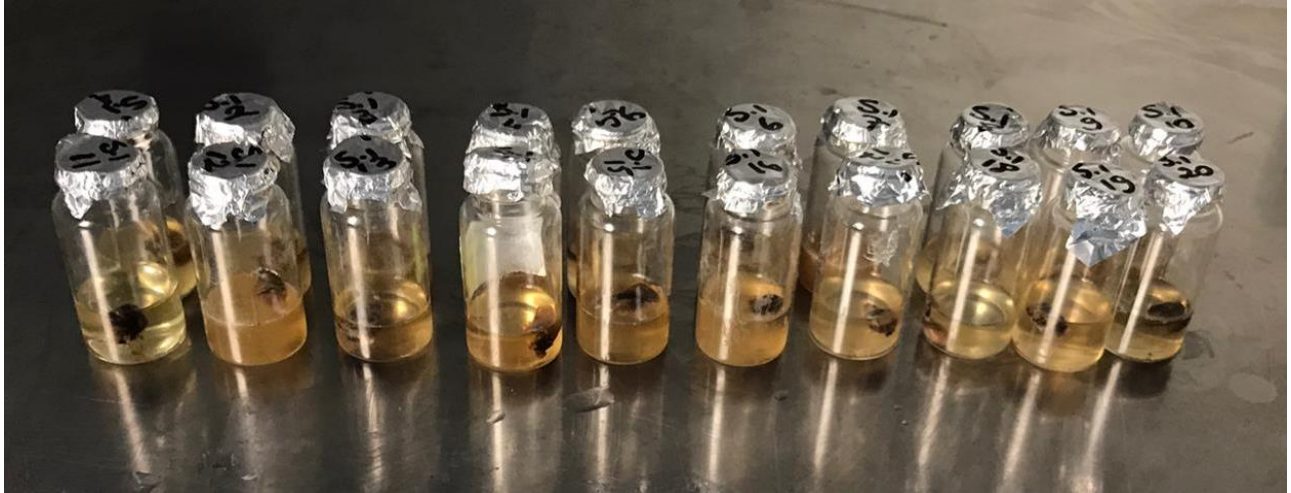
Mikroplastiklerin biyotadan ekstraksiyonunda polimerlerin fiziksel ve kimyasal olarak karakterizasyonunu engelleyebilecek yıkıcı/tahrip edici olmayan yöntemler tercih edilmektedir. Biyolojik materyalin sindirimi için en uygun stratejinin seçimi her bir çalışmanın amacına göre olmalıdır. Biyolojik materyalin uzaklaştırılmasında farklı ekstraksiyon verimliliklerine ve plastik kırılabilirliklerine sahip enzimatik, alkali ve asidik sindirim kullanılabilir (Löder vd. 2017; Hermesen vd., 2018).

İzleme için en uygun maliyetli protokol, organik madde miktarına göre oldukça değişken olabilen biyolojik materyalin sindirimi tamamen

gerçekleşene kadar maksimum 40°C sıcaklıkta %10 KOH ile muamele etmektir (Bessa vd., 2018; Hermesen vd., 2018). Ancak, sindirim birkaç gün sürebileceğinden ve bazı polimerlere kısmen zarar verebileceğinden, KOH özellikle önemli miktarda yağ içeren dokular için uygun değildir (Hermesen vd., 2018). Bu durumu ortadan kaldırmak için KOH'a deterjan (ör. Tween 20) ilavesi yaparak bozulma süreci hızlandırılabilir. Doğrudan analizi yapılacak örneklerin içinde bulunduğu cam viyallere (dondurulan sindirim kanalları çözüldükten sonra cam viyallere dikkatlice aktarılmalıdır) örnek ağırlığına bağlı olarak her bir örneğe yaklaşık 10 ml olacak şekilde % 10 potasyum hidroksit (KOH) ilave edilerek biyolojik

materyal tamamıyla sindirilene kadar yaklaşık 48 saat boyunca 40°C'deki etüvde bekletilmelidir. Sıcaklık 40°C'nin üzerine asla çıkarılmamalıdır. Gerekmesi durumunda (biyolojik materyalin tamamıyla erimediği durumlarda) örnek üzerinde % 10'luk H₂O₂ ilavesi yapılabilir (Şekil 4.3).

Bu işlemi takiben örnekler, laminar akış kabini içerisinde ultra saf yardımı 47 mm'lik cam fiber filtrele (tercihen 1,20 µm GF/A) sahip filtrele süzülmalıdır. Petri kabına aktarılan filtrelerin ağzı kapatılarak <40°C sıcaklıkta etüvde kuruması sağlanır. Stereo-mikroskop altında mikroplastiklerin sayımları ve fiziksel karakterizasyonları gerçekleştirilir.



Şekil 4.3 Biyota sindirim kanalından biyolojik materyalin oksidatif kullanılarak uzaklaştırılması (Fotoğraf: ©Ü. Aytan, 2022)

5 MİKROPLASTİKLERİN FİZİKSEL VE KİMYASAL KARAKTERİZASYONU

5.1 Fiziksel karakterizasyon

Mikroplastiklerin fiziksel karakterizasyonunda tip, renk ve boyut olmak üzere üç önemli kriter göz önünde bulundurulmaktadır. Görsel sayım olarak adlandırılan stereomikroskop altında uzman tarafından gerçekleştirilen sayımları esnasında mikroplastiklerin tipleri ve renkleri kaydedilir ve fotoğrafları çekilerek resim analizi yardımı ile boy ölçümü gerçekleştirilir. Boy ölçümünde fiber tipte mikroplastiklerde tüm boy, pelet ve boncuklarda çap, parça, film, köpük vb. düzgün bir şekle sahip olmayan mikroplastiklerde ise en uzun hat ölçülür. Bu kriterlere ait detaylı açıklamalar aşağıda bölümler halinde sunulmuştur.

Şekil 5.1'deki görsel tanımda yaygın olarak tanımlanan dokuz mikroplastik kategorisine ait görseller sunulmaktadır.

Tip: Mikroplastiklerin tipleri ile ilgili çeşitli sınıflandırmalar kullanılsa da aşağıda uluslararası kılavuzlarca kabul edilen ve yaygın olarak kullanılan sınıflandırma önerilmektedir.

1. Film
2. Fiber
3. Parça
4. Köpük/sünger
5. Boncuk (mükemmel küreler)
6. Pelet
7. Boya
8. Silikon
9. Kauçuk

Renk: Bu kriter için sınıflandırmalar, en yaygın şekilde rapor edilen mikroplastik renklerine göre sınıflandırılmıştır ancak farklı projelerin amaçlarına göre (ör. coğrafi etki, deniz türleri üzerindeki etki vb.) ilgili olarak değerlendirilebilir.

Tanımlanan en yaygın renkler aşağıda gösterilmiştir:

1. Siyah
2. Mavi
3. Beyaz
4. Şeffaf
5. Kırmızı
6. Yeşil
7. Karışık renkli
8. Diğer (Turuncu, sarı, kahverengi, mor, pembe, gri vb.)

Bir tarafında bir renk ve diğer tarafında başka bir renge sahip olan mikroplastikler (neopren veya boya parçaları, ambalaj parçaları vb.) veya birden fazla renk içerebilen fiberler bulunması halinde karışık renkli olarak kaydedilmektedir. Mor, pembe, gri, sarı veya kahverengi gibi renkler, belirli bir projeye ilgili olmadıkça “Diğer” kategorisine dahil edilebilir.

Boyut: Günümüzde mikroplastikler (iv) için en düşük boyut değerinin 1 µm olduğu küresel olarak kabul edilmektedir (Gigault vd., 2018; Frias ve Nash, 2019). Mevcut işleme teknolojileri, araştırmacıların 10 µm'ye kadar (bir FPA dedektörlü µ-FTIR) veya 1-2 µm'ye kadar (µ-RAMAN) küçük parçacıkları tanımlamasına olanak tanımaktadır. Yine de izleme amacıyla, MPLAST projesinde mikroplastikler için önerilen alt boyut sınırı 100 µm'dir. Tablo 5-1'de mikroplastikler de dahil olmak üzere deniz çöpleri için en yaygın boyut kategorileri açıklanmaktadır. Mikroplastikler, şu anki numune alma ve işleme uygulamalarını yansıtan ve dünya genelinde yapılan izleme çalışmalarıyla karşılaştırılabilirliği sağlamak amacı ile dört boyut sınıfına kaydedilmelidir: $1 \leq 200 \mu\text{m}$; $200 \leq 500 \mu\text{m}$, $500 \mu\text{m} \leq 1 \text{ mm}$ ve $1 \text{ mm} \leq 5 \text{ mm}$.

Tablo 5-1 Deniz çöplerin boyut aralıkları
(Van Cauwenberghe vd. (2015) ve Gigault vd., (2018)'den uyarlanmıştır)

	Terminoloji	Boyut aralığı
I.	Makroplastikler	>2,5 cm
II.	Mesoplastikler	0,5 – ≤ 2,5 cm
III.	Büyük mikroplastikler	1- ≤ 5 mm
IV.	Küçük mikroplastikler	1 µm – ≤ 1000 µm
V.	Nanoplastikler	≤ 1 µm



Şekil 5.1 Sucul ortamda sıkça rastlanılan mikroplastik tipleri (Fotoğraf: ©Ü. Aytan, 2022)

5.2 Kimyasal Karakterizasyon:

Mikroplastiklerin fiziksel karakterizasyonu kadar kimyasal karakterizasyonu da olası kaynakların belirlenmesi ve risk değerlendirmesinin yapılabilmesi için önem arz etmektedir. Mikroplastiklerin polimer tipinin tanımlanmasında yaygın olarak mikro-Fourier Dönüşümü Kızılötesi spektroskopisi (μ -FTIR), Zayıflatılmış Toplam Yansıma Fourier Dönüşümü Kızılötesi spektroskopisi (ATR-FTIR), mikro-Raman spektroskopisi (μ -RAMAN), piroliz-gaz kromatografisi-kütle spektrometrisi (Py-GCMS) ve Termal desorpsiyon gaz kromatografisi-kütle spektrometrisi (TDS-GC/MS) kullanılmaktadır.

Polimer tipini net bir şekilde belirlenmesinde mikro-FTIR ve ATR-FTIR kullanılması tavsiye edilmektedir. Bu iki yöntem diğerlerine kıyasla daha uygun maliyetlidir ve diğerlerinden daha kolay kullanılabilirler.

Py-GCMS örneği kalıcı olarak yok etmenin yanı sıra partikül sayısında değil kütlede sonuç vermektedir. Bu nedenle, mikroplastik karakterizasyonunda tamamlayıcı bir teknik olarak kullanılmalıdır.

Py-GCMS kullanmadan önce mikro-FTIR kullanılması önerilmektedir. Mikro-RAMAN ise oldukça zaman alıcıdır, ancak FTIR'a kıyasla 500 μ m'nin altındaki partiküllerde belirleyiciliği çok daha yüksektir (Tablo 5-2).

Tablo 5-2 Yaygın polimerlerin yoğunlukları (Enders vd., 2015 ve Crawford ve Quinn, 2017'den uyarlanmıştır) ve yaygın olarak kullanılan yüzdürücü solüsyonların yoğunlukları (Sodyum klorür, Sodyum tungstat dihidrat ve tümü 1,40 g/cm³ üzeri) (Frias vd., 2018)

Kısaltma	Polimer	CAS no.	Yoğunluk (g/cm ³)
PS	Polistiren (genişletilmiş)	9003-53-6	0,01-1,06
PP	Polipropilen	9003-07-0	0,85-0,92
LDPE	Düşük yoğunluklu polietilen	9002-88-4	0,89-0,93
EVA	Etilen vinil asetat	24937-78-8	0,93-0,95
HPDE	Yüksek yoğunluklu polietilen	9002-88-4	0,94-0,98
PA	Poliamid	63428-84-2	1,12-1,15
PA 6,6	Naylon 6,6	32131-17-2	1,13-1,15
PMMA	Polimetilmetakrilat	9011-14-7	1,16-1,20
PC	Polikarbonat	25037-45-0	1,20-1,22
PU	Poliüretan	9009-54-5	1,20-1,26
PET	Polietilen tereftalat	25038-59-9	1,38-1,41
PVC	Polivinil klorür	9002-86-2	1,38-1,41
PTFE	Politetraflorüretilen	9002-84-0	2,10-2,30

6 MİKROPLASTİKLERİN ÜZERİNE ADSORBE OLAN KİMYASALLARIN TESPİTİ

Mikroplastikler kimyasal özellikleri itibarıyla organik kirleticileri yüzeylerinde tutabilirler veya emebilirler (Hartmann vd., 2017). Bu tutunmaya sorpsiyon denmektedir ve kirleticinin taşınımını belirlediğinden önem arz etmektedir. Sorpsiyon prosesleri iki ana yol izler: Adsorpsiyon veya Absorpsiyon. İlk etkileşim yüzeyde fiziksel bağ olan Van der Waals etkileşimiyle olmaktadır. Çoğu çalışma mikroplastiklerle ilgili olarak modellerin adsorpsiyon mekanizmalarına daha iyi uyum sağladığını göstermiştir (Puckowski vd., 2021, Zhao vd., 2020, Magadini vd., 2020, Guo vd., 2020, Llorca vd., 2018, Wu vd., 2019), ve söz konusu çalışmalarda adsorbsiyon işleminin esas olarak polimer tipine bağlı olarak hidrofobik ve elektrostatik etkileşimler olduğu görülmektedir.

Kristalleşmenin sorbsiyon işlemine önemli etkileri bulunmaktadır. Polimerler hiçbir zaman tam amorf veya tam kristalin yapıda değildirler. Kristalin bölgeler molekül boşluğu daha az olan bölgelerdir ve bu durumda sorbsiyon hızını düşürmektedir. Ayrıca camsı geçiş sıcaklığına yaklaşan polimerler de emilim süreçlerini desteklemektedir (Menéndez-Pedriza A ve Jaumot J. 2020).

Mikroplastiklerin partikül boyutu, şekli ve spesifik yüzey alanı, sorpsiyon proseslerini etkileyen önemli faktörlerdendir. Partikül boyutu küçüldükçe yüzey alanı arttığından sorbsiyon hızlanacaktır. Ayrıca, temas yüzeyi ne kadar düzgün ve küre şeklinde ise bu özellikler de aynı ölçüde sorpsiyona katkı vermektedir.

Tuzluluk, sorpsiyon proseslerini değerlendirirken dikkate alınması gereken bir diğer kritik çevresel faktör olabilir. Tuzluluktaki artışlar, yüzey yüklerinin nötralizasyonuna neden olduğundan elektrostatik etkileşimleri düşürür ve dolayısıyla kirleticilerin MP'ler üzerindeki adsorbsiyonu daha

çok hidrofobik etkileşimler üzerinden olmaktadır (Menéndez-Pedriza A ve Jaumot J. 2020).

Mikroplastikler üzerinde adsorbe olmuş kirleticilerin araştırılması son yıllarda önem kazanmıştır. Özellikle mikrokirleticilerin uzak mesafelere taşınımında mikroplastikler vektör etkisi yapmaktadır. Ancak, matriksten mikrokirleticilerin konsantrasyonunda bir değişikliğe neden olmadan mikroplastikleri izole etmek önemli kısıtlayıcı faktörlerdendir. Yapılan çalışmalara bakıldığında özellikle plaj kumu içindeki mikroplastiklerin taşıdığı mikrokirleticilere yoğunlaşmıştır (Tablo 6-1).

Kimyasal analizden önce dikkate alınması gereken en önemli parametrelerden biri numune miktarıdır (su ve sediman numunelerinden çıkacak mikroplastik miktarı). Hedef analitlerin tespit limitini aşmak için yeterli miktarda mikroplastik örneğinin su ve sediman örneklerinden alınması önemlidir. Analizi yapılacak parametreler, uygun numune miktarına, hedef maddelerin içeriğine, numunelerdeki engelleyici malzemelerin varlığına ve cihaz algılama hassasiyetine göre karar verilmelidir. Mikroplastiklere adsorbe olan kimyasallar eser konsantrasyonlarda bulunabileceğinden dolayı, bu kimyasalların saptanabilir miktarlarını çıkarmak için daha büyük miktarlarda mikroplastik kullanmak gerekebilir. Plastiklerin çevrede kalma süresi, örneğin çevredeki sulardan adsorbe olan kimyasal miktarı gibi durumlar da kirlilik seviyelerini etkileyebilir.

Tablo 6-1 Mikroplastikler üzerinde adsorblanan mikrokirleticilerin analizi ile ilgili yapılan çalışmalar

MP tipi boyutu	Analit	Matriks	Ön işlem	Cihaz	Kaynak
-,1-5 mm	Farmasotikler	Plaj kumu	Metanol ekstraksiyonu ve SPE	UHPLC/MS	Santana-Viera vd. 2019
Pellet ve fragman 1-5 mm	OCP, PAH, PCB	Plaj kumu	DCM:Hekzan ekstraksiyonu ve fraksiyonlama	GC/MS	Rodriguez vd., 2020
Karışık yapılar 0,25-1mm	PAH	Deniz suyu	Hekzan ekstraksiyonu ve fraksiyonlama	GC/MS	Chen vd., 2020
Karışık yapılar 0,25-1mm	PAH, PCB	Plaj kumu	Hekzan ekstraksiyonu ve fraksiyonlama	GC/MS-GC/ECD	Shi vd., 2020
Karışık yapılar 0,35-5mm	PBDE, PCB	Deniz suyu	DCM sokslet ekstraksiyonu	GC/MS/MS	Yeo vd., 2020
Pellet, fragman ve iplik 1-5 mm	PAE	Kıyisal sediman	Sikloheksan etil asetat ekstraksiyonu ve clean up	GC/MS	Benson vd., 2020
Pellet 3,4-4.6 mm	OCP, PBDE, PCB	Plaj kumu	Hekzan ekstraksiyonu ve asidik temizleme ve silika kolonu clean up	GC/MS	Pozo vd., 2020
Karışık tip ve boyut	PAH, PCB	Deniz suyu	DCM:Heptane kstraksiyonu	GC/MS (PCB) UHPLC-FD(PAH)	Bouhorum vd., 2019
Karışık tip ve boyut	PAH, PCB,OCP	Plaj kumu	Metanol ekstraksiyon Stir Bar Sorpitive Extraction	GC/MS	León vd., 2019
Pellet ve köpük 1-15 mm	PAH, PCB	Deniz suyu ve plaj kumu	DCM ekstraksiyonu silika kolonu clean up	GC/MS	Chen vd., 2019
Pellet ve fragman 1-25mm	PBDE,OCP,PAH,PCB	Plaj kumu	Sikloheksan etil asetat ekstraksiyonu ve temizleme	GC/MS/MS	Camacho vd.,2019



MP tipi boyutu	Analit	Matriks	Ön işlem	Cihaz	Kaynak
Karışık türler	DDT, PAH,PCB	Plaj kumu	DMSO ekstraksiyonu ve Stir Bar Sorptive Extraction ile zenginleştirme	GC/MS/MS	Pannetier vd., 2019
Köpük, Film, fragman ve fiber 0,6-5mm	PAH	Nehir suyu	Hekzan ile ekstraksiyon Silika clean-up	GC/MS	Tan vd., 2019
0,2-5mm	OCP,PAH,PCB	Plaj kumu	Sokslet DCM: Aseton 1:1 Silika clean-up	GC/MS (PAH, PCB) GC/ECD (OCP)	Karkanorachaki vd., 2018
Pellet fragman köpük 0,33-5mm	PAH	Deniz suyu	Hekzan ile ekstraksiyon Silika clean-up	GC/MS	Mai vd., 2018
Pellet fragman köpük 0,33-5mm	PAH	Deniz suyu	Hekzan ile ekstraksiyon Silika clean-up	GC/MS/MS	Tang vd., 2018
Pellets 0,33-5mm	PCB, DDT,HCH	Plaj kumu	Hekzan ile 72 saat ekstraksiyon Silika clean-up	GC/ECD	Le vd., 2016

AH: alifatik hidrokarbon; ASE: Hızlandırılmış solvent ekstraksiyonu; BPA: bisfenil A; BrPh: bromlu fenol; C18: oktadesilsilan; ClBz: klorlu benzen; ClPh: klorlu fenol; DCM: diklorometan; DDD: 1,1-dikloro-2,2-bis-(p-klorofenil)etan; DDE: 1,1-dikloro-2,2-bis-(4-klorofenil); DDT: diklorodifeniltrikloroetan; DMSO: dimetilsülfoksit; ECD: elektron yakalama detektörü; FD: floresan dedektörü; EVA: etilen vinil asetat; GC: gaz kromatografisi; HCH: heksakloroheksan; LC: sıvı kromatografisi; MS: kütle spektrometrisi; MS/MS: tandem kütle spektrometrisi; OCP: organoklorlu pestisit; PAH: polisiklik aromatik hidrokarbon; PBDE: polibromlu difenil eter; PCB: poliklorlu bifenil; PCDD: poliklorlu dibenzo-p-dioksin; PCDF: poliklorlu dibenzofuran; polietilen tereftalat; PFAS: perfloroalkil maddesi; PP: polipropilen; Not: polistirenSBSE: karıştırma çubuğu emici ekstraksiyon; SPE: katı faz ekstraksiyonu; UHPLC: ultra yüksek performanslı sıvı kromatografisi

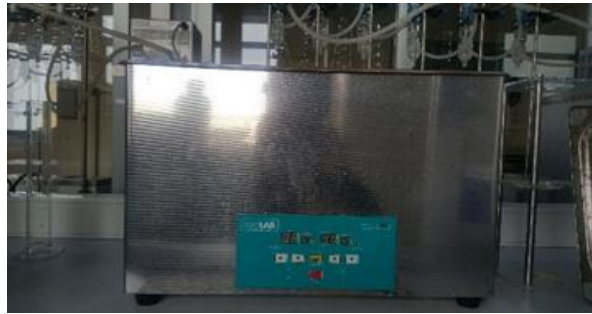
Plastiklerdeki kimyasalların kantitatif ve kalitatif analizleri genellikle bir dizi numune hazırlama adımı gerektirir. Bu adımlar sırasıyla ekstraksiyon, saflaştırma (veya fraksiyonlama), konsantrasyon ve enstrümantal analizdir. Mikroplastiklerdeki kimyasallar için kullanılan analitik prosedürler, su, sediman ve biyotada doku gibi çevresel matrislerde yaygın olarak uygulananlara benzemektedir. Temel fark, hedef kimyasalları polimerik matrislerden çıkarma işlemidir. Ekstraksiyon prosedürleri, zaman alıcı olmasına rağmen, hedef analitleri bir polimerik matristen izole ederek sonraki analitik prosedürleri kolaylaştırabilir.

Mikroplastik analizlerinde Soxhlet ekstraksiyonu, ultrasonik ekstraksiyon ve solvent ıslatma dahil olmak üzere geleneksel sıvı-katı ekstraksiyon teknikleri sıklıkla kullanılmaktadır.

Solvent tipi ve hacmi, ekstraksiyon süresi ekstraksiyon yöntemlerinin etkinliğini etkileyebilir. Ekstraksiyon solventleri, polimerik materyallerin çözünmesi ve hedef analitlerin ekstraksiyonu için önemlidir. Heksan, diklorometan (DCM), heksan-DCM karışımları ve heksan-aseton karışımları, PCB'ler, OCP'ler, PAH'lar dahil çoğu organik bileşiğin ekstraksiyonu için yaygın olarak kullanılmaktadır (Şekil 6.1).



Soxhlete Ekstraksiyonu



Ultrasonik Ekstraksiyon



Evaporasyon



Clean Up aşaması



GC-MS/MS

Şekil 6.1 Ekstraksiyon, saflaştırma (veya fraksiyonlama), konsantrasyon ve enstrümantal analiz
(Fotoğraf: ©TÜBİTAK MAM Deniz AG, 2022)

Yüksek seçicilik ve hassasiyet elde etmek için bir temizleme (clean-up) adımı genellikle enstrümantal analizden önce dahil edilir. Mikroplastik analizlerde ana hatları verilen temizleme prosedürleri, diğer çevresel matrisler için kullanılanlara benzerdir. Organik bileşikler

analiz etmek için silika, alümina, florisil ve bunların kombinasyonları kullanılmaktadır. Ön işlemleri tamamlanan numuneler daha sonra Gaz Kromatografi (GC-MS MS) cihazına enjekte edilerek analiz tamamlanır.

7 KALİTE KONTROL ve GÜVENCE

7.1 Örnekleme öncesi ve esnasında uyulması gerekenler

Örnek alma ve örnekleme sırasında, toplanan çevresel örneklerin potansiyel plastik kontaminasyonu ve çapraz kontaminasyon kaynaklarını belirlemek veri güvenilirliğini arttırmak adına önemlidir. Örneklemler esnasında en yüksek risk, giysilerden, teçhizattan ve atmosferik serpintiden kaynaklanan sentetik fiberler kontaminasyonudur. Bu nedenle, tüm örnek toplama süreci boyunca arka plan kontaminasyonunun her zaman dikkate alınması ve takibi gereklidir.

Deniz/nehir yüzey suyu örneklemelerinde temsil edici ve gerçekçi veri toplayabilmek adına kullanılacak kepçenin göz açıklığı ve tekneye göre pozisyonu önem arz etmektedir. Örneklemler teknenin daima rüzgâr alan tarafından yapılarak gemi kaynaklı fiber kontaminasyonu minimuma indirilmelidir. Örneklemler geminin yan tarafından bir frame yardımı ile arka karışım zonuna düşmesine izin vermeden gerçekleştirilmelidir. Gemi/tekne kaynaklı kontaminasyonu belirlemek üzere boya kazıntısı, örnekleme cihazı için sentetik halat kullanıldıysa halat örneği ve balık/omurgasız örneklerini toplamak için kullanılan ağdan örnekler alınarak, analiz edilmelidir. Bununla birlikte, denizde numune alırken çapraz kontaminasyonun azaltılmasını sağlamak son derece önemlidir. Çapraz kontaminasyon risklerini azaltmak için, numune almadan önce tüm ekipmanları temizleyerek, numuneleri ve ekipmanı alüminyum folyo ile kaplayarak, ideal olarak sentetik polimer içermeyen giysi veya pamuk tulumu ve nitril

eldiven takarak kirlenme kaynakları giderilmeli ve/veya önemli ölçüde azaltılmalıdır.

Ayrıca her bir kişinin giydiği giysilerin tipi ve rengi hakkında notlar alarak takibi ve sonrasında örnekteki varlığı araştırılmalıdır. Örneklemler esnasında daha önce mikropplastik varlığı kontrol edilerek petri kaplarına yerleştirilmiş nemli filtreler örnek alınma ve işleme süreci boyunca açık tutularak hava kaynaklı fiber kontaminasyonu takip edilmelidir.

Saha çalışmalarının bir dahlumbaz, kabin içinde (varsa) yapılması; sarf malzemelerinin doğrudan ambalajdan kullanılması (mümkünse önceden filtre edilmesi) ve ideal olarak plastik olmayan malzemeler kullanılması tavsiye edilmektedir. Uzun yolculuklar sırasında, bazen ağırlık sınırlamaları nedeniyle cam eşyaların bakımı kolay değildir ve plastik kaplar en uygun maliyetli alternatiftir. Bu gibi durumlarda, boş örnek olarak bazı şişelerin filtrelenmiş deniz suyuyla doldurması ve diğer tüm örneklerle aynı laboratuvar prosedürleri izlenerek incelenmesi gerekir.

7.2 Laboratuvar analizleri esnasında uyulması gerekenler

Laboratuvar analizleri esnasında kontaminasyon iki şekilde gerçekleşebilir: hava kontaminasyonu ve prosedüre bağlı kontaminasyon. Hava kontaminasyondan kaçınmak için, analizler esnasında laboratuvarlarda hava sirkülasyonu minimuma indirilmeli (tüm pencere ve kapılar kapatılarak, klima vb. çalıştırılmamalı) ve en az kişi ile az hareket yaratacak şekilde çalışılmalıdır. Tüm çalışmalar mümkünse laminar akış kabini içinde



(ya da eş değer bir ortam) gerçekleştirilmelidir. Çalışmalar esnasında %100 pamuklu laboratuvar kıyafetleri giyilmelidir. Mümkün olduğunda, önlem olarak laboratuvar önlüğünün altına giyilen giysilerin rengi kaydedilmelidir. Tüm analizler esnasında (mikroskop altında sayım dahil) havadaki fiberleri izlemek için etiketli açık bir petri kabına nemli cam mikrofiber filtreler (örn. Whatman GF/C veya benzeri) yerleştirilerek kontaminasyon takip edilmelidir.

Prosedüre bağlı kontaminasyonu önlemek için, çalışılacak yüzeyler başta olmak üzere bu çalışma esnasında kullanılacak makas, pens, ölçüm cihazları vb. aletler de alkolle temizlenmelidir. Kullanmadan önce tüm cam malzemelerin ultra saf suyla yıkanması gerekir. Hava yoluyla taşınan mikroplastiklerin içinde birikmemesi için yıkandıktan sonra tüm cam malzemeler ideal olarak yukarı tarafı aşağı bakacak şekilde kurutulmalıdır. Mikroplastik analizleri esnasında kullanılan tüm sıvılar (saf su, kimyasallar, çözültüler vb.) analizler öncesinde 0.2 µm filtreden süzülmalıdır. Örneklerin mikroskopik inceleme için süzüleceği filtreler ve filtrelerin içine konulacağı petriler işlem öncesinde ultra saf sudan geçirilip mikroskop altında kontrol edilerek mikroplastiklerle kontamine olmadıklarından emin olunmalıdır. Örneklerle eş zamanlı olarak tüm işlemlerin aynı solüsyonlar ve ultra saf su kullanılarak analiz edildiği paralel örnekler ile prosedüre bağlı kontaminasyon test edilmelidir.

7.3 Veri doğrulaması

Hava kontaminasyonu ve prosedüre bağlı kontaminasyonu belirlemek üzere toplanan kontrol örnekleri mikroplastik örnekleri ile eş zamanlı analiz edilmeli (fiziksel ve kimyasal karakterizasyon) ve örneğe benzer tipte (renk, tip) ve kimyasal içerikte mikroplastik bulunması durumunda bu mikroplastikler veriden çıkarılarak veri doğrulaması yapılmalıdır.

8 RAPORLAMA

Mikroplastik kirliliğinin sucul ekosistemlerdeki durumunun ve etkilerinin değerlendirildiği çalışmalar kapsamında tercih edilen kirlilik ifade birimleri, plastik bağlantılı kimyasal kirleticileri tanımlamak için kullanılan terminolojilerdeki ve tespit edilen mikroplastiklerin sınıflandırmalarındaki farklılıklar elde edilen verilerin karşılaştırılabilirliğine ve genel kapsamlı bir durum değerlendirmesi için ortak analize engel teşkil etmektedir. Bu sorunun engellenebilmesi ve kısıtlı araştırma fonlarının daha sağlıklı bir şekilde kullanılabilmesi için izlenecek en etkin yaklaşım, gerçekleştirilen çalışma süresince izlenen basamakların ve elde edilen verilerin ortak bir yaklaşım kullanılarak raporlanmasıdır. Bu sayede büyük maddi ve insan kaynağı kullanılarak ortaya konulmuş olan bilginin, daha etkin şekilde sorunun çözümüne yönelik oluşturulacak yaklaşımlar kapsamında kullanılabilmesi mümkün olacaktır.

Doğal ortamda mikroplastik kirliliği kılavuzun önceki bölümlerinde detaylı şekilde anlatıldığı üzere belirli basamaklar doğrultusunda yapılmaktadır. Mikroplastik kirliliğinin izlenmesi amacıyla yapılacak çalışmalarda raporlanması gereken genel birleşenlere ek olarak, kirlilik durumu ve karakteri bilgisi, saha örneklemeleri, numune temini, laboratuvar ortamında gerçekleştirilen numune ön işlemleri ve mikroplastik tespitine yönelik değerlendirmelerden oluşan çalışma şablonunun her aşamasının raporlanmasında, ortak bir kirlilik durum tespitinin yapılabilmesine imkan sağlayacak bir yaklaşımın izlenmesi gerekmektedir. Aşağıda mikroplastik kirliliği değerlendirme basamaklarında raporlanması önerilen birleşenlere dair detaylı bilgi verilmiştir.

Mikroplastik kirliliğin raporlanmasında doldurulması gereken formlar Ek'de verilmiştir.

8.1 Mikroplastik Kirliliğinin Değerlendirilmesi Aşamalarının için Raporlanması Gereken Birleşenler

Kullanılan Malzemelere Yönelik Bilgiler

Mikroplastik kirliliğinin tespitine yönelik olarak yürütülecek çalışmanın tüm basamaklarında eğer mümkünse plastik malzemelerin kullanımından kaçınılması gerekmektedir. Ancak günümüzde kullanımda olan malzemelerin büyük bir kısmının ya tamamen plastikten imal edildiği yada kısmen plastik parçalar içerdiğini düşünürsek amaca uygun malzeme temininde büyük zorluklarla karşılaşılacağı muhtemeldir. Bu nedenle çalışmalar kapsamında kullanılacak tüm malzemelerin içeriğinde bulunan plastik materyallerin polimer tespiti analizlerinde arka plan olarak değerlendirilmeye alınmak üzere analiz edilmesi gerekmektedir. Çalışma sonunda arka planı teşkil eden bu malzemelere ait polimer bilgisinin de raporlanması ve veri setinde bulunan benzer polimer, renk ve tipteki mikroplastik verilerinin analiz içerisinden çıkartılması yanlış kirlilik durumu değerlendirmesinin önlenmesi açısından önemlidir. Yine çalışmanın her basamağında kullanılacak cihazların (mikroskop, terazi, numune toplama ekipmanları) ve yazılımların (mikroskop yazılımları, polimer kütüphanelerinin karşılaştırılmasında kullanılan yazılımlar, vb.) teknik özellikleri ve kalibrasyonları kapsamında temel alınan kalibrasyon ölçütlerinin raporlanması gerçekleştirilen işin teknik arka planına dair bilginin aktarılabilmesi açısından önem taşımaktadır.

Tablo 8-1 Mikroplastik kirliliğinin tespitine yönelik kullanılan araç-gereçler, değerlendirme alınan türler ve örnekleme sürecine dair raporlanması gerekli parametreler

Su Örneklemeleri		
Örnekleme Ekipmanı	Ekipmana dair	Örneklemeye dair
Nöston kepçesi	• Kullanılan ağların göz açıklığı	• Akış ölçer (hesaplamalar) • Örnekleme esnasında seyir hızı • Hava koşulları • Örnekleme süresi • Çevresel değişkenler (su sıcaklığı, tuzluluk, iletkenlik, oksijen, bulanıklık, klorofil-a, askıda katı madde miktarı)
Manta kepçesi		
Bongo kepçesi		
Plankton kepçesi		
Pompa	• Pompanın operasyon derinliğinde su aktarım performansı, • Tıkanma ve debi düşüşüne yönelik izlenen önlemler • Değerlendirmeye alınan su hacmi bilgisi	• Örnekleme derinliği • Debi (hesaplamalar) • Hava koşulları • Çevresel değişkenler (su sıcaklığı, tuzluluk, iletkenlik, oksijen, bulanıklık, klorofil-a, askıda katı madde miktarı)
Sediman Örneklemeleri		
Örnekleme Ekipmanı	Ekipmana dair	Örneklemeye dair
Elek	Göz açıklığı	• Örnekleme derinliği • Örnek içerisinde değerlendirme derinliği • Değerlendirilen sedimanın kütlesi • Tekrar sayısı
Grab	Örnekleme ekipmanının operasyonel özellikleri (örneğin: 15x15 cm boyutundaki Ekman-Birge grab)	
Biyota Örneklemeleri		
Grup	Canlıya dair	Örneklemeye dair
Balıklar	• Tür adı • Birey sayısı • Biyometrik özellikler	• Örnekleme derinliği
Süzerek beslenenler		
Diğer omurgasızlar		

Kalite Güvence ve Kalite Kontrolüne Yönelik Bilgiler

❖ **Ekipman:** Saha örneklemeleri ve laboratuvar değerlendirmeleri esnasında faydalanan araç gereci teknik özelliklerinin (Tablo 2.8) elde edilen sonuçlarla birlikte rapor edilmesi, paylaşılan sonuçların diğer araştırmacıların kendi çalışmalarında karşılaştıra bilmelerine katkı sağlayacaktır.

❖ **Tekrar:** Örneklem alanlarından numune alımı esnasında tekrarlı (en az 3) örneklem yapılması; i) Gerçekleştirilen çalışmadan elde edilen verilerle bölgeler arasındaki farklılıkların ölçülebilmesi için istatistiksel testlerin uygulanabilmesine, ii) Veri setinde yer alan uç değerlerin belirlenmesine olanak sağlar. Raporlama esnasında örneklemelerin kaç tekrarlı şekilde yapılmış olduğu, tekrarların hangi düzen doğrultusunda alındığı bilgilerinin aktarılması, paylaşılan sonuçların doğru değerlendirilebilmesi açısından önem taşımaktadır.

❖ **Değerlendirme limitleri:** Literatürde bulunan mikroplastik kirliliği durum bilgisine yönelik farklı çalışmalar örneklem ve/veya değerlendirme süreçlerinde tercih edilen yaklaşımlar neticesinde farklı değerlendirme limitleri için bilgi aktarmaktadır. Mikroplastik kirliliği durumuna dair literatür bilgisi incelendiğinde örneklem ve/veya değerlendirme süreçlerinde tercih edilen yöntemsel yaklaşımların tespit edilen kirlilik durum bilgisi üzerinde ciddi etkisi olduğu görülmektedir. Her ne kadar çalışmalarda kirlilik konsantrasyonu benzer birimler kullanılarak (adet/m³, kütle/m³) veriliyor olsa da tercih edilen yaklaşım doğrultusunda tespit edilebilen partikül sayısında büyük farklılıklarla karşılaşılabilir. Örneğin İsveç sahil alanlarda aynı bölgede sırasıyla 80µm ve 450µm göz açıklığındaki ağlarla yapılan örneklemelerde değerlendirmeye alınan su numunelerinde tespit

edilen mikroplastik adedi 150 – 2400 m⁻³ ve 0,01 – 0,14 m⁻³ olarak rapor edilmiştir (Norén, 2007). Kullanılan ekipmanın teknik özelliklerinin rapor edilmediği hallerde mikroplastik örneklemelerinde gözlemlenen farklılıkların sebebinin tespit edilmesi mümkün olmayacaktır. Bu tür belirsizliklerin ortadan kaldırılabilmesi için raporlama kapsamında paylaşılması gereken unsurlar Tablo 1’de belirtilmiştir.

❖ **Çevresel kontaminasyon:** Mikroplastik partiküller, özellikle fiber partiküller, çalışma alanında hava yoluyla dağılım göstermekte ve bulundukları ortamda her türlü yüzeyde dağılım göstermektedir. Laboratuvar çalışmaları esnasında numunelerin hava yoluyla kontamine olmaması için Bölüm 6’da ayrıntılı şekilde ifade edilmiş olan bir dizi önlem alınması gerekmektedir. Ayrıca alınacak tüm önlemlere rağmen karşılaşılabilecek muhtemel kontaminasyonun değerlendirmeyi etkilememesi için çalışma ortamında (saha örneklemeler ve laboratuvar analizleri süreçlerinde) negatif kontrollerin (içerisinde saf su bulunan cam kaplar) bulundurulması ve çalışmanın tamamlanması ertesinde içeriklerinin incelenmesi gerekmektedir. Kontaminasyon kontrollerinden tespit edilecek plastik partiküllerin sınıflandırması ve sonrasında numuneler içerisinde tespit edilen ve bu partiküllere benzerli gösteren partiküllere ait verilerin istatistiksel değerlendirme dışında bırakılması, yapılan değerlendirmede fazla tahmin hatasının önüne geçilmesine sağlar.

Yürütülecek kontaminasyon kontrolü sürecine dair; i) kullanılan kontrol sayısı, ii) kontroller içerisinde tespit edilen partikül sayısı ve karakteristik özellikleri, iii) kontaminasyonun potansiyel kaynakları ve iv) veri setinden çıkartılan veri miktarına dair bilgilerin raporlama kapsamında paylaşılması gereklidir.

❖ Pozitif kontrol ve geri kazanım performansı: Mikroplastik varlığının araştırılması sürecinde özellikle küçük partiküller gözden kaçabilir veya numunelerin hazırlanması, işlenmesi ve analizin aşamalarında kayıplar meydana gelebilir. Bu nedenle, geri kazanım oranını belirlemek için numunelere paralel olarak miktar ve fiziksel özellikleri bilinen mikroplastik parçacıkları eklenmiş kontrollerin (üç tekrar) değerlendirme sürecine eklenmesi önemlidir.

Yürütülecek pozitif kontrol sürecine dair; i) mikroplastik geri kazanım miktarı, ii) geri kazanılan mikroplastik partiküllerin fiziksel özelliklerinde karşılaştırılması muhtemel farklılaşma durumuna dair bilgilerin raporlama kapsamında paylaşılması gereklidir.

❖ Veri ve analiz yaklaşımına dair paylaşımlar: Mikroplastik kirlilik durumunun ortaya koymak amacıyla gerçekleştirilen çalışmaların analizler sonrasında rapor edilen sonuçlarına ek olarak, çalışmalardan elde edilen işlenmemiş verilerin ihtiyaç duyulması halinde farklı hipotezlerin değerlendirilmesinde kullanılabilmesi paylaşılması önemlidir. Ham verilerin paylaşımıyla raporlama esnasında gerçekleştirilen analizlerin tekrarlarına bilirliliği de sağlanmış olur. Ayrıca veri işleme sürecinde araştırmacılar tarafından tercih edilen istatistik analiz yaklaşımına dair detaylı bilginin (analiz kodları, yazılım sonuç çıktıları, vb.) paylaşılması da hem yapılan değerlendirmenin güvenilirliğini arttıracak hem de gerçekleştirilen analizlerin de okuyucular tarafından tekrarlarına bilirliliği sağlayacaktır.

8.2 Saha Örneklemeleri Kapsamında Raporlanması Gereken Birleşenler

Saha örneklemeleri kapsamında alınan numuneler kirlilik durumu tespitinde kullanılacağından bu numunelerin temin edildiği alanlara dair kaydı tutulan her tür bilgi kirliliğin kaynağına yönelik değerlendirmeler yapılabilmesi açısından önem taşımaktadır. Aşağıda belirtilen unsurlar örnekleme bölgesine ve sürecine dair raporlanması gerekli olan minimum bilgiyi kapsamaktadır. Bu gerekliliğin sağlanabilmesi için araştırmacılara kılavuz eki olarak paylaşılan “Örnekleme Veri Formu” içerisinde ilgili alanların doldurulması önerilmektedir.

❖ Örnekleme bölgesi ve zamanı bilgisi: Kirlilik durum değerlendirmesinin yapıldığı bölgedeki çevresel dinamiklerin bilinmesi, gerek duyulması durumunda elde edilen kirlilik durum verisiyle analiz yoluyla ilişkilendirilerek kirlilik kaynaklarının tespiti için gereklidir. Bunun yanında, mikroplastik kirliliği çevresel birçok faktör doğrultusunda anlık ani varyasyonlar gösteren bir niteliğe sahiptir. Bu kapsamda saha örneklemelerinin yapıldığı bölgelerin koordinatları ve örnekleme zamanı (tarih, zaman) raporlanması elde edilen kirlilik durum bilgisinin çalışma alanı şartları doğrultusunda değerlendirilebilmesine olanak sağlayacaktır.

❖ Örnekleme bölgesindeki çevresel faktörler: Numune alınan alanda durumu tespit edilecek kirliliğin oluşumunda etkin olma ihtimali taşıyan çevresel faktörlerin kayıt altına alınması ve raporlanması örnekleme alanındaki altyapı ve etkin dinamiklerin anlaşılması için önemlidir.

❖ Alınan numuneye dair bilgiler: Kirlilik durumunun tespitine yönelik değerlendirmeye alınan matrisin (su, sediman, biyota, vd.) ne

olduđuna, deęerlendirme amacıyla alınan numune miktarı ve alınan numune ye dair detaylı bilgilendirme (ör. Sediman örneęinin yüzey 3-5 cm derinlikten veya karot kullanılarak alındıęı bilgisi, vb.) raporlama kapsamında belirtilmesi gereken unsurlardır. Bunun yanında örnekleme kapsamında kullanılan örnekleme ekipmanının teknik özellikler (malzemesi, numune alımında etkin yüzey, vb.) ve örnekleme prosedürü (tekmeden/sahilden örnekleme, örnekleme süresi, vb.) hakkında detaylı bilginin paylaşılması gerekmektedir. Ayrıca alınan numunenin saha çalışması, analiz öncesi saklanması süreçlerinde izlenen yollara dair bilginin de raporlanması deęerlendirme kapsamında karşılaşılmaması muhtemel anormal durumların (renk kaybı, yapısal bozunum, vb.) tespit edilebilmesi için önemlidir.

8.3 Numune Hazırlanması Aşamalarında Raporlanması Gereken Birleşenler

Saha örneklemeleri kapsamında deęerlendirilmek üzere laboratuvar ortamına aktarılan numunelerin, mikroplastik varlıęının incelenmesi öncesinde plastik olmayan inorganik ve organik madde içeriklerinin uzaklaştırılması amacıyla izlenmesi gereken adımlar önceki bölümlerde ayrıntılı şekilde ifade edilmiştir. Gerçekleştirilen çalışmanın takip edilebilir ve tekrarlanabilir nitelikte sunulabilmesi için analiz ön hazırlık aşamasında takip edilen prosedüre ait aşağıda belirtilen hususların raporlama kapsamında paylaşılması gerekmektedir.

❖ Örnekleme alanından temin edilen numunenin tamamının deęerlendirme maksadıyla kullanılmamasını gerektiren bir durum söz konusuysa, numuneden alt örneklemenin yapılması esansında izlenen yönetime dair bilgi,

❖ Mikroplastik tanımı dışında kalan ve temin edilen numuneler içerisinde bulunması muhtemel mezoplastik partiküllerin numuneden uzaklaştırılması amacıyla gerçekleştirilecek eleme işlemine dair bilgiler (kullanılan eleklerin göz açıklıęı, uygulamanın manuel mi yoksa otomatik bir sistemle mi gerçekleştirildięi, eleme süresi, vb.),

❖ Organik materyalin numune içerisinde uzaklaştırılması kapsamında tercih edilen prosedürün detaylı bir açıklaması (kullanılan fiziksel ve kimyasal yaklaşımlar, ısı uygulaması var ise sıcaklıklar, uygulanan prosedürün süresi, vb.),

❖ Yoęunluk ayırıştırma: Plastiklerin yoęunluęunun düşük olması prensibi doęrultusunda plastik materyallerin yüksek yoęunluktaki inorganik maddelerden (ör. sediman numunelerinde kum taneleri) ayırıştırılması sürecinde kullanılan bu yaklaşım kapsamında numunenin içerisinde bulunduęu sıvının yoęunluęunu arttırmak amacıyla tercih edilen kimyasalın tipi, kullanılan miktarı ve hazırlık aşamasında takip edilen adımları içeren bilgiler,

❖ İçerisinde bulunduęu organik ve inorganik kitleden ayırıştırılan mikroplastik partiküller fiziksel özellikleri ve kimyasal nitelikleri doęrultusunda sınıflandırılmak ve tanımlanmak üzere filtrasyon (genellikle vakum filtrasyon) yöntemi kullanılarak filtreler üzerine aktarılmaktadır. Filtreleme işlemi kapsamında kullanılan filtrenin göz açıklıęının deęerlendirilen partikül boyutunun alt sınırını teşkil etmesi sebebiyle raporlama kapsamında belirtilmesi gerekmektedir.

❖ Filtreler üzerinde toplanmış olan mikroplastik partiküllerin sınıflandırma aşamasına geçmeden önce kurutulması gerekmektedir. Kurutma sürecinin etkinlięinin ve deęerlendirmeye alınacak plastik materyaller

üzerine muhtemel etkilerinin kayıt altına alınabilmesi için kurutma işlemi kapsamında tercih edilen yöntemin, kurutma sıcaklığının ve süresinin raporlanması gerekmektedir.

8.4 Mikroplastiklerin Sınıflandırılması Aşamasında Raporlanması Gereken Birleşenler

Görsel Ayırıştırma Yaklaşımları

Laboratuvar ortamında yürütülen ön işleme süreci sonrasında numuneler içerisinde ayrılarak filtreler üzerine aktarılan mikroplastik partiküllerin boyutlarının tespiti ve fiziksel özellikleri doğrultusunda sınıflandırılması işlemleri mikroskop altında gerçekleştirilmektedir. Bu amaçla araştırmacının tercihi veya imkanları doğrultusunda ışık, floresan ve elektron mikroskopları kullanılabilir. Kullanılan mikroskoplarda tercih edilecek ayarların değerlendirmeye alınacak örneklerin algılanması aşamasında etkisi büyüktür. Aynı objenin farklı ayarlarla değerlendirilmesi sonucunda farklı yorumlamalar yapılma riski söz konusudur. Farklı mikroskop tercihleri halinde raporlama aşamasında paylaşılması gereken hususlar aşağıda maddeler halinde belirtilmiştir. Buna göre;

❖ Işık mikroskobu:

- Görsel kaydın alınması ve ölçümlerin gerçekleştirildiği kameranın çalışma sırasında tercih edilen ayarları (kontrast, kazanç, doygunluk, ışık yoğunluğu, ISO değerleri, vb.),
- Mikroskopta inceleme ve görsel kayıt için tercih edilen objektif ve büyütme katsayıları,
- Paylaşılan her görsel için ölçek.

❖ Floresan mikroskobu

- İncelenen partikülün tanımlanması esnasında tercih edilen büyütme miktarı,
- Kullanılan floresan ışığın dalga boyu, yoğunluğu ve ışık kaynağına maruz kalma süresi,
- Plastiği tanımlamak için kullanılan eşik yoğunluğu.

Plastik partiküllerin tanımlanması amacıyla floresan boyalar ile boyanması yaklaşımının tercih edilmesi durumunda; boya tipi, konsantrasyonu ve kullanılan solvent bilgisiyle, kullanılan boya uygulama tekniği raporlama sırasında verilmelidir.

❖ Elektron mikroskobu:

- Kullanılan kaplama (örneğin metal türü, su buharı),
- Tanımlama sırasında kullanılan büyütme,
- Plastiği ayırt etmek için kullanılan arka plan dokusu

Sınıflandırma ve Fiziksel Karakterizasyon

Mikroplastik kirliliğinin olası kaynaklarının tespitine yönelik değerlendirmelerde kullanılacak nitelikteki bilgi çok kısıtlıdır. Doğal ortamda tespit edilen morfoloji, renk, boyut ve polimer özelliği bilgileri bu tip değerlendirmelerde bilgi sağlayan niteliklerdir. Ancak, literatürde var olan birçok çalışma bu bilgileri raporlarken belirli bir standarttan uzak, kişisel değerlendirmeler doğrultusunda belirledikleri yaklaşımlarla hareket etmiştir. Bu nedenle, mikroplastik kirlilik durumunun tespitine yönelik çalışmaların verilerinin değerlendirilmesi aşamasında kullanılan sınıflandırma yaklaşımlarının raporlama sürecinde paylaşılması sonuçların karşılaştırılabilir nitelikte olması açısından önem taşımaktadır. Bu

kapsamda, mikroplastik partiküllerin sınıflandırmasına dair aşağıda belirtilen özelliklerin raporlama aşamasında paylaşılması gereklidir.

Mikroplastik partiküllerin fiziksel özellikleri doğrultusunda sınıflandırılmasına dair raporlanması gereken unsurlar;

❖ Boyut ve miktar:

- Rapor edilen birim (örneğin; kg, adeti mm),
- Ölçümü gerçekleştirilen boy (örneğin; feret minimum veya maksimum),
- Ölçüm ve sayım esnasında tercih edilen metodoloji ve ekipman bilgisi (örneğin; bilgisayar yazılımı, mikrometre özellikleri, vb.)

❖ Karakterizasyon:

- Şekil,
- Renk,
- Tekstür (bozunum durumuna yönelik)

Ayrıca elde edilen bilgiler doğrultusunda yukarıda belirtilen özelliklerinin bir ya da birkaçı kapsamında sınıflandırması gerçekleştirilemeyen mikroplastik partiküllerinde görsel kayıt altına alınması kirlilik durumu değerlendirmesi dışında kalmamalarına ve gelecekte farklı yaklaşımlarla tekrar değerlendirmeye alınabilmelerine imkan sağlayacaktır. Bu tip partiküller; ölçülebilen morfolojik, morfometrik, kimyasal özellikleri kayıt altına alındıktan sonra saklanmalıdır.

Kimyasal Karakterizasyon

Mikroplastik partiküllerin görsel olarak tanımlanması, en kolay ve en ucuz yaklaşım olsa

da değerlendirmeye alına partikül boyutu küçüldükçe partiküllerin plastik olarak tanımlanmasının hata payında artış olmaktadır. Plastik polimerlerin tekrarlayan parmak izi benzeri moleküler bileşimi, değerlendirilmeye alınan bir partikülün net bir şekilde polimer tipine göre sınıflandırılmasına imkan vermektedir. Bu nedenle, plastik olduğu düşünülen partiküllerin kimyasal yapılarının analiziyle polimer karakterizasyonunun yapılması doğru bir kirlilik durumu değerlendirmesi yapılabilmesi için elzem bir basamaktır. Kimyasal yapının tespiti amacıyla kromatografik, spektrometrik ve kalorimetrik temelde farklı analitik yaklaşımlar kullanılmaktadır. Aşağıda, günümüze kadar kimyasal karakterizasyonda kullanımı rapor edilmesi gereken bilgiler liste halinde verilmiştir.

❖ Piroliz Gaz Kromatografisi- Kütle Spektrometrisi (py-GS/MS):

- Pirolize tepki veren gazlar, sıcaklık, süre,
- GC fırın programı, sıcaklık, taşıyıcı gaz ve kolon özellikleri,
- MS iyonizasyon voltajı, kütle aralığı, tarama frekansı, sıcaklık,
- py-GC/MS eşleştirme kriterleri (örneğin; eşleşme eşiği, doğrusal tutma indeksleri-LRI ve kovats indeksi),
- py-GC/MS niceleme teknikleri.

❖ Raman spektrometresi:

- Alım parametreleri (örneğin; lazer dalga boyu, delik çapı, spektral çözünürlük, lazer yoğunluğu, birikim sayısı, spektral alım süresi)
- Ön işleme parametreleri (örneğin; spike filtresi, yumuşatma, temel düzeltme, veri dönüştürme)

➤ Spektral eşleştirme parametreleri (örneğin; spektral kitaplık kaynağı, eşleştirmek için kullanılan spektral dalga boyları aralığı, eşleştirme eşiği, eşleştirme prosedürü)

❖ Fouirer Transform Infrared Spektrometresi (FTIR):

➤ Alım parametreleri (örneğin; spektrum toplama modu, aksesuarlar, kristal tipi, arka plan kaydı, spektral aralık, spektral çözünürlük, tarama sayısı)

➤ Ön işleme parametreleri (örneğin; fourier-dönüşüm (FT) parametreleri, yumuşatma, temel düzeltme, veri dönüştürme)

➤ Eşleştirme parametreleri (örneğin; FTIR spektral kitaplık kaynağı, eşleşme eşiği, eşleştirme prosedürü, eşleştirmek için kullanılan spektrum aralığı)

❖ Diferansiyel Taramalı Kalorimetrisi (DSC):

➤ Alım parametreleri (örneğin; sıcaklık, zaman, döngü sayısı)

➤ Eşleştirme parametreleri (örneğin; değerlendirilen parametreler, referans kitaplığı kaynağı, karşılaştırma tekniği)

9 MİKROPLASTİK KAYNAKLI KİMYASAL KİRLİLİĞE YÖNELİK DEĞERLENDİRMELER

Plastiklerdeki kimyasalların kantitatif ve kalitatif analizleri genellikle bir dizi numune hazırlama adımı gerektirir. Bu adımlar sırasıyla ekstraksiyon, saflaştırma (veya fraksiyonlama), konsantrasyon ve enstrümantal analizlerdir. Mikroplastiklerdeki kimyasallar için kullanılan analitik prosedürler, su, sediman ve biyotada doku gibi çevresel matrislere yaygın olarak uygulananlara benzerdir. Temel fark, hedef kimyasalları polimerik matrislerden çıkarma işlemidir. Ekstraksiyon prosedürleri, zaman alıcı olmasına rağmen, hedef analitleri bir polimerik matristen izole ederek sonraki analitik prosedürleri kolaylaştırabilir. Mikroplastik analizlerinde Soxhlet ekstraksiyonu, ultrasonik ekstraksiyon ve solvent ıslatma dahil olmak üzere geleneksel sıvı-katı ekstraksiyon teknikleri sıklıkla kullanılmaktadır. Söz konusu kimyasalların değerlendirilirken,

- ❖ Mikroplastik tipi ve boyutu
- ❖ Analit: Analizi yapılacak parametrelere, uygun numune miktarına, hedef maddelerin içeriğine, numunelerdeki engelleyici malzemelerin varlığına ve cihaz algılama hassasiyetine göre karar verilmelidir. Mikroplastiklere adsorbe olan kimyasalların saptanabilir miktarlarını çıkarmak için daha büyük miktarlarda mikroplastik kullanmak gerekebilir.
- ❖ Matris
- ❖ Uygulanan Ön İşlem: Solvent tipi ve hacmi, ekstraksiyon süresi, ekstraksiyon yöntemlerinin etkinliği bu aşamada önemli bir yere sahiptir. Ekstraksiyon solventleri, polimerik materyallerin çözünmesi ve hedef

analitlerin ekstraksiyonu sağlamaktadır. Heksan, diklorometan (DCM), heksan-DCM karışımları ve heksan-aseton karışımları, PCB'ler, OCP'ler, PAH'lar dahil çoğu organik bileşiğin ekstraksiyonu için yaygın olarak kullanılmaktadır.

- ❖ Kullanılan cihaz bilgilerini içermelidir.

Analiz edilecek kimyasal maddeye uygun ön işlemin belirlenmesi ve analitin yapısını bozmadan mikroplastiklerin üzerinden alınarak analiz edilmesi en önemli aşamalardır. MP üzerinden alınan analitin analiz aşamaları, organik maddelerin kimyasal ön işlemleri ve değerlendirmeleri paralellik göstermektedir. MP'ler kimyasal maddelerin taşınımında önemli bir vektör olarak görülmektedir ancak, plastiklerin çevrede kalma süresi, örneğin çevredeki sulardan adsorbe olan kimyasal miktarı gibi durumlar da kirlilik seviyelerini etkileyebilir. Raporlamalarda bu unsur göz önünde bulundurulmalıdır.

KAYNAKLAR:

- Akdoğan Z, Güven B, Tavşanoğlu UN, Çırak T (2020). Tatlısu Ekosistemlerinde Arazi ve Laboratuvar Yöntemleri Bölüm 17: Mikroplastikler (ed. ÜN Tavşanoğlu, G Başaran Kankılıç, Ş Erdoğan), Nobel Yayınevi, Ankara.
- Almas FF, Bezirci G, Çağan AS, Gökdağ K, Çırak T, Başaran Kankılıç G, Paçal E, Tavşanoğlu ÜN (2022). Tracking the microplastic accumulation from past to present in the freshwater ecosystem: A case study in Susurluk Basin, Turkey. *Chemosphere*, 303, 135007.
- Baalkhuyur, F. M., Dohaish, E., A., B., Elhalwagy, M. E. A., Alikunhi, N. M., AlSuwailam, A. M., Røstad, A., Coke, D. J., Berumen, M. L., Duarte, C. M., 2018. Microplastic in the gastrointestinal tract of fishes along the Saudi Arabian Red Sea coast. *Mar Pollut Bull.*, 407-415. 10.1016/j.marpolbul.2018.04.040
- Bessa ve ark. 2019. Harmonized protocol for monitoring microplastics in biota. JPI-Oceans. BASEMAN project. Crawford, C. B., Quinn, B., (2017). Microplastic pollutants. 1st Edition. Elsevier. ISBN: 9780128094068. Available: <https://www.elsevier.com/books/microplastic-pollutants/crawford/978-0-12-809406-8>
- Enders, K., Lenz, R., Stedmon, C. A., Nielsen, T. G., (2015). Abundance, size and polymer composition of marine microplastics $\geq 10 \mu\text{m}$ in the Atlantic Ocean and their modelled vertical distribution. *Marine Pollution Bulletin*, 100, pp. 70-81. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2015.09.027>
- Erdoğan Ş (2020) Microplastic pollution in freshwater ecosystems: A case study from Turkey (Tatlısu ekosistemlerinde mikroplastik kirliliği: Türkiye’den bir örnek çalışma) EU. *Journal of Fisheries and Aquatic Science*. 37, 213–221.
- Frias, J. P. G. L., Nash, R., 2019. Microplastics: Finding a consensus on the definition. *Marine Pollution Bulletin*, 138, 145-147
- Gago et al., (2018). Standardised protocol for monitoring microplastics in seawater. JPI-Oceans BASEMAN project.
- Gigault, J., ter Hall, A. Baudrimont, M., Pascal, P., Gauffre, F., Thuy-Linh, P., El Hadri, H., Grassl, B., Reynaud, S., 2018. Current opinion: what is a nanoplastic? *Environ. Pollut.* 235, 1030–1034.
- González-Fernández, C., et al., 2018. Cellular responses of Pacific oyster (*Crassostrea gigas*). *Environ. Pollut.* 2018.01.024
- Hermesen, E., Mintenig, S. M., Besseling, E., Koelmans, A. A., 2018. Quality Criteria for the Analysis of Microplastic in Biota Samples: A Critical Review. *Environ. Sci. Technol.* 2018, 52, 10230–10240
- Löder, M. G. J., Imhof, H. K., Ladehoff, M., Löschel, L. A., Lorenz, C., Mintenig, S., Piehl, S., Primpke, S., Schrank, I., Laforsch, C., Gerdts, G., 2017. Enzymatic Purification of Microplastics in Environmental Samples. *Environ. Sci. Technol.* 51, 24, 14283–14292
- Lusher, A.L., McHugh, M., Thompson, R.C., 2013. Occurrence of microplastics in the gastrointestinal tract of pelagic and demersal fish from the English Channel. *Mar. Pollut. Bull.* 67, 94–99.
- Norén, F., 2007. Small Plastic Particles in Coastal Swedish Waters. N-Research report, commissioned by KIMO, Sweden. 11 pp.
- Prata JC, de Costa JP, Duarte AC, Rocha-Santos T (2019). Methods for sampling and detection of microplastics in water and sediment: A critical review. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 110, 150-159.
- Razeghi N., Hamidian AH, Wu C, Zhang Y, Yang M (2021). Microplastic sampling techniques in freshwaters and sediments: a review. *Environmental Chemistry Letters*, 19, 4225-4252.
- Turner S, Horton AA, Rose NL, Hall C (2019). A temporal sediment record of microplastics in an urban lake, London, UK. *Journal of Paleolimnology*, 61, 449-462
- Van Cauwenberghe, L., Devriese, L., Galgani, F., Robbins, J., Janssen, C.R. (2015). Microplastics in sediments: A review of techniques, occurrence and effects. *Marine Environmental Research* 111:5-17. <https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2015.06.007>



EKLER: Laboratuvar ve Saha Çalışmalarında Kullanılacak Formlar ve Raporlama Matbu Belgeler

Mikroplastik Kirliliği Raporlama Formu

Değerlendirmeyi Gerçekleştirilen Ekip

(Form 1)

İsim ve Soy isim:		İsim ve Soy isim:		İsim ve Soy isim:	
Kurum:		Kurum:		Kurum:	
Uzmanlık alanı:		Uzmanlık alanı:		Uzmanlık alanı:	
Telefon numarası (GSM):		Telefon numarası (GSM):		Telefon numarası (GSM):	
E-mail:		E-mail:		E-mail:	

Arazi Çalışmaları

Örnekleme Tarihi:	
Örnekleme Zamanı (AM/PM):	

Örnekleme Bölgesi

Yerel/Resmi isim:		Koordinatlar	
		Enlem:	Boylam:

Meteorolojik Durum

Yağış durumu		Akıntı durumu		Rüzgar durumu (Yön / Hız)	
--------------	--	---------------	--	---------------------------	--

Çevresel değişkenler

Tuzluluk:		Sıcaklık:		İletkenlik:	
Çözülmüş Oksijen:		Bulanıklık:		Klorofil-a:	
TSS:					



Mikroplastik Kirliliği Raporlama Formu

Örnekleme Ekipmanı (Su numuneleri)

(Kullanılan Örnekleme ekipmanının karşısına "X" işareti koyunuz)

(Form 2a)

Nöston kepçesi:		Manta kepçesi:		Bongo kepçesi:	
Plankton kepçesi:		Pompa:			

Kepçe Kullanımı Durumunda

Pompa Kullanımı Durumunda

Tercih edilen ağ göz açıklığı:		Örnekleme derinliği:	
Tercih edilen ağ tipi:		Operasyon derinliğinde su aktarım performansı:	
Ekipman ağz açıklığı:		Değerlendirmeye alınan su hacmi bilgisi:	
Örnekleme esnasında seyir hızı:		Tıkanma ve debi düşüşüne yönelik izlenen önlemler:	
Örnekleme süresi:		Debi (hesaplamalar):	
Akış ölçer (hesaplamalar):			

Örnekleme Ekipmanı (Sediman numuneleri):

Elek (Örnekleme ekipmanının operasyonel özellikleri)

Göz açıklığı		Sedimanın toplama yöntemi	
--------------	--	---------------------------	--

Grab

Boyut:		Örnek alma yöntemi (Tekne / Elle):		Örnek içerisinde değerlendirme derinliği:	
Örnekleme derinliği:		Değerlendirilen sedimanın kütlesi:		Tekrar sayısı:	



Mikroplastik Kirliliği Raporlama Formu

Laboratuvar değerlendirmesi

(Form 3)

Ön işlemler

Alt örnekleme yaklaşımı
(Alt örnekte değerlendirme yapıldıysa)

Büyük boyutlu organik in
organik maddelerin
numuneden uzaklaştırılması
esnasında tercih edilen
yaklaşım dair bilgi

Organik materyalin numune içerisinde uzaklaştırılması kapsamında tercih edilen yaklaşımlara dair bilgi

Kullanılan kimyasal

Uygulama sıcaklığı

Kimyasal
konsantrasyonu:

Uygulama süresi:

Yoğunluk ayırıştırması yaklaşımı

Solüsyon yoğunluğunun artırılması
amacıyla tercih edilen kimyasal:

Kullanılan konsantrasyon:

Ayrışma için tercih edilen bekleme süresi:

Numunelerin mikroskop değerlendirmesine hazırlanması
için gerçekleştirilecek filtrasyon sürecinde tercih edilen
filtrenin gözenek açıklığı:

Filtre üzerindeki materyalin kurutma süreci

Uygulanan sıcaklık:

Kurutma süresi:



Mikroplastik Kirliliği Raporlama Formu

Mikroskop incelemeleri

(Form 4a)

Sınıflandırma ve ölçümlerin gerçekleştirilmesi esnasında kullanılan altyapı

Kullanılan mikroskop	Marka		Model	
----------------------	-------	--	-------	--

Işık Mikroskobu

Kontrast		Doygunluk		ISO değerleri	
Kazanç		Işık yoğunluğu		İncelemenin gerçekleştirildiği büyütme oranı	

Floresan Mikroskobu

Kullanılan floresan ışığın -	Dalga boyu:		Yoğunluğu:		
	Işık kaynağına maruz kalma süresi:		Plastiği tanımlamak için kullanılan eşik yoğunluğu:		

Elektron mikroskobu

Kullanılan kaplama: (metal türü)		Tanımlama sırasında kullanılan büyütme:		Plastiği ayırt etmek için kullanılan arka plan dokusu:	
----------------------------------	--	---	--	--	--

Görsel kayıt alınması esnasında kullanılan kamera	Marka		Model		
---	-------	--	-------	--	--



Boy ölçümleri için kullanılan yazılım	İsim		Versiyon		
<u>Renk tespiti için tercih edilen yaklaşım:</u>					
<u>Mikroplastiklerin bozunumuna yönelik değerlendirmeler için tercih edilen yaklaşım:</u>					
Numune başına tespit edilen toplam mikroplastik miktarı		Numune başına tespit edilen mikroplastiklerin en ortalama uzun kenar boyu ve standart sapması			
Mikroplastiklerin fiziksel sınıflandırması sürecinde kullanılması tercih edilen standart yöntem bilgisi					



Mikroplastik Kirliliği Raporlama Formu

Mikroskop incelemeleri

(Form 4b)

Tespit edilen mikroplastiklerin fiziksel sınıfları

(belirlenen her sınıfın [Film, Fiber, Fragment, Kauçuk, vb.]örnek içerisindeki adet ve oransal miktarları)

Sınıf	Adet	Oran	Sınıf	Adet	Oran
Film					
Fiber					
Fragment					
Kauçuk					

Mikroplastiklerin renk bilgisi

(belirlenen her rengin örnek içerisindeki adet ve oransal miktarları)

Renk	Adet	Oran	Renk	Adet	Oran
Siyah					
Mavi					
Kırmızı					
Kahverengi					
Renk	Adet	Oran	Renk	Adet	Oran
Beyaz					
Sarı					
Yeşil					

Tespit edilen mikroplastiklerin bozunum durumu gruplarının toplam numune içindeki oranlarına dair bilgi

(Yeni, düşük, orta ve yüksek oranda bozunmuş, renk değişimine uğramış, parçalanma eğilimine girmiş partiküller ve numune içerisindeki oranı)

--



Mikroplastik Kirliliği Raporlama Formu

Kimyasal Karakterizasyon

(Form 5a)

Piroliz Gaz Kromatografisi- Kütle Spektrometrisi (py-GS/MS)

Pirolize tepki veren gazlar: Sıcaklık Süre

* GC fırını

Programı: Sıcaklık: Taşıyıcı gaz: Kolon özellikleri:

* MS iyonizasyon

Voltajı: Kütle aralığı: Tarama frekansı: Sıcaklık:

* py-GC/MS eşleştirme kriterleri

Eşleşme eşiği: Doğrusal tutma indeksleri- LRI: Kovats indeksi:

* py-GC/MS nicelme teknikleri

Raman spektrometresi

* Alım parametreleri

Lazer dalga boyu: Delik çapı: Spektral çözünürlük: Lazer yoğunluğu: Birikim sayısı: Spektral alım süresi:



Mikroplastik Kirliliği Raporlama Formu

Kimyasal Karakterizasyon

(Form 5b)

* Ön işleme parametreleri

Spike filtresi:		Yumuşatma:		Temel düzeltme:	
Veri dönüştürme:					

* Spektral eşleştirme parametreleri

Spektral kitaplık kaynağı:		Eşleştirmek için kullanılan spektral dalga boyları aralığı:		Eşleştirme eşiği:	
Eşleştirme prosedürü:					

Fourier Transform Infrared Spektrometresi (FTIR)

* Alım parametreleri

Spektrum toplama modu:		Aksesuarlar:		Kristal tipi:	
Arka plan kaydı:		Spektral aralık:		Spektral çözünürlük:	
Tarama sayısı:					

* Ön işleme parametreleri

Fourier-dönüşüm (FT) parametreleri:		Yumuşatma:		Temel düzeltme:	
Veri dönüştürme:					

Eşleştirme parametreleri

FTIR spektral kitaplık kaynağı:		Eşleşme eşiği:		Eşleştirme prosedürü:	
Eşleştirmek için kullanılan spektrum aralığı:					



Mikroplastik Kirliliği Raporlama Formu

Kimyasal Karakterizasyon

(Form 5c)

Diferansiyel Taramalı Kalorimetrisi (DSC)

*** Alım parametreleri**

Sıcaklık:

Zaman:

Döngü sayısı:

*** Eşleştirme parametreler**

Değerlendirilen
parametreler:

Referans kitaplığı kaynağı:

Karşılaştırma
teknigi:



YER ÜSTÜ SULARINDA MİKROPLASTİKLER, ETKİLERİ VE KONTROL YÖNTEMLERİ PROJESİ



Kasım 2022

TÜM CANLILAR TEHDİT ALTINDA...
FARKINA VARALIM!