



**T.C.
İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**



Doktora Tezi

**ATIK SULARDA MİKRO/NANOPLASTİKLERİN ve
MİKROPLASTİKLERE BAĞLI BAKTERİLERİN MEMBRAN
TEKNİKLERİ ile GİDERİMİNİN ARAŞTIRILMASI**

Nilay BARLAS TURAN

Deniz ve İçsu Kaynakları Yönetimi Anabilim Dalı

Deniz Biyolojisi Programı

**DANIŞMAN
Prof. Dr. Gülşen ALTUĞ**

Haziran, 2025

İSTANBUL

Bu çalışma, 12.06.2025 tarihinde ařağıdaki jüri tarafından Deniz ve İsu Kaynakları Yönetimi Anabilim Dalı, Deniz Biyolojisi Programında Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Jürisi

Prof. Dr. Gülşen ALTUĞ (Danışman)
İstanbul Üniversitesi
Su Bilimleri Fakültesi

Prof. Dr. Ayten KİMİRAN
İstanbul Üniversitesi
Fen Fakültesi

Prof. Dr. Mine ÇARDAK
Çanakkale On Sekiz Mart Üniversitesi
Uygulamalı Bilimler Fakültesi

Prof. Dr. Aslı KAÇAR
Dokuz Eylül Üniversitesi
Deniz Bilimleri ve Teknolojisi Enstitüsü

Do. Dr. Pelin Saliha ÇİFTÇİ TÜRETKEN
İstanbul Üniversitesi
Su Bilimleri Fakültesi

İntihal Programı Beyanı

20.04.2016 tarihli Resmî Gazete’de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince; Bu Lisansüstü teze, İstanbul Üniversitesi’nin aboneli olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Fen Bilimleri Enstitüsü’nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun rapor alınmıştır.

Proje Destekleri

Bu tez, İstanbul Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yürütücü Sekreterliğinin FDK-2021-37938 numaralı projesi ile desteklenmiştir.

Tezden Üretilmiş Yayınların Künye Bilgileri

Barlas Turan, N., Altuğ, G., 2025, Dimensions of Bias Caused by the Use of Nylon Membrane Filters During Micro/Nanoplastic Analysis., *Fresenius Environmental Bulletin*, 34 (02-03), 138-158.

ÖNSÖZ

Doktora yolculuğum, bilimsel merakımın peşinden giderken hem zihinsel hem de duygusal anlamda sınırlarımı zorlayan, ancak aynı zamanda sonsuz öğrenme ve gelişim fırsatları sunan bir serüven oldu. Bu süreçte yalnız olmadığımı hissetmemde emeği geçen herkese en derin şükranlarımı sunmak isterim.

İlk olarak, akademik rehberliği ve bilimsel vizyonu bu çalışmanın temelini oluşturan değerli danışmanım Prof. Dr. Gülşen ALTUĞ'a minnettarım. Sabrı, bilgeliği ve her daim motive eden desteğiyle, en karmaşık soruların bile üstesinden gelmemde ışık oldu. Ayrıca, tez jürimde yer alan ve değerli katkıları ile çalışmamı zenginleştiren Prof. Dr. Ayten KİMİRAN ve Prof. Dr. Mine ÇARDAK'a içten teşekkürlerimi sunarım.

İstanbul Üniversitesi (Su Bilimleri Fakültesi)'nde yürüttüğüm deneysel çalışmalarda teknik desteğini esirgemeyen Doç. Dr. Pelin Saliha ÇİFTÇİ TÜRETKEN'e çok teşekkür ederim. Verilerin istatistiksel değerlendirmesinde bilgi birikimiyle bana yol gösteren Dr. Aysu GÜREŞEN'in emekleri, bu tezin sağlamlığına önemli bir katkı sağlamıştır.

TUBİTAK MAM Başkan Yardımcılığı Yaşam Bilimleri, KBRN Savunma Teknolojileri Araştırma Grubu laboratuvarındaki mikro-Raman cihazı ile gerçekleştirdiğimiz yoğun ve uzun araştırmalarda destek olup, çalışmamızı sonuçlandırabilmemizi sağlayan Dr. Melike SARIÇAM'a çok teşekkür ederim.

ÖKOTEK A.Ş. Ailesine laboratuvar ölçekli dNF pilot ile çalışma imkânı sunduğu için çok teşekkür ederim.

Bu uzun yolculukta en büyük dayanağım, sevgili eşim Doç. Dr. Tuğhan TURAN ve oğlum Aytuğ TURAN oldu. Zaman zaman evi bir çalışma odasına çevirdiğim gün ve gecelerde gösterdikleri sabır, her türlü yorgunluğumda sığındığım sevgileri bu zorlu süreci anlamlı kılan en değerli hazinelerimdi.

Manevi desteklerini hiç eksik etmeyen sevgili annem Nesrin BARLAS, Doktora sürecimin her anında yanımda olup beni engin bilgisi ile destekleyen babam Prof. Dr. Hulusi BARLAS'a ve "Bu tez bir gün bitecek!" diyerek motive eden tüm sevdiklerim... Hepinize yürekten teşekkür ederim.

Son olarak, bu keşif sürecinde doğrudan katkısı olan, dolaylı yoldan destek veren veya emeği görünür olmasa bile bu yolculuğu mümkün kılan herkese, bilimin ancak ortak bir nefesle yeşerebileceğine dair inancımı derinleştirdikleri için, içten teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖNSÖZ.....	iv
İÇİNDEKİLER	v
ŞEKİL LİSTESİ.....	ix
TABLO LİSTESİ.....	xvi
SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ	xix
ÖZET.....	xxi
SUMMARY	xxiv
1. GİRİŞ.....	1
2. GENEL KISIMLAR	4
2.1 MİKRO VE NANOPLASTİKLER	4
2.1.1 Mikro ve Nanoplastiklerin Tanımı.....	4
2.1.2 Mikro ve Nanoplastiklerin Kaynakları ve Çevreye Yayılımı.....	5
2.1.3 Mikro ve Nanoplastiklerin Sucul Ekosistemlerde Ekotoksikolojik Etkileri	6
2.2 ATIKSU ARITMA TESİSLERİNDE MİKRO VE NANOPLASTİKLER	9
2.2.1 Atıksu Arıtma Tesislerinde Mikro ve Nanoplastiklerin Davranışı	9
2.2.2 Mikro ve Nanoplastiklerin Arıtma Süreçlerinde Akıbeti.....	9
2.2.3 Mikro ve Nanoplastiklerin Analiz Yöntemleri	11
2.2.3.1 Atık Suda Örnek Alma ve Hazırlama	11
2.2.3.2 Atık Sularda İzolasyon Yöntemleri	12
2.2.3.3 Tespit ve Tanımlama	16
2.2.4 Atıksu Arıtma Tesislerinde Kullanılan Teknolojiler ve Mikro-Nanoplastik Giderimi Üzerindeki Etkileri.....	20
2.2.5 Mikro ve Nanoplastik Gideriminde Karşılaşılan Zorluklar ve Sınırlamalar	24
3. MALZEME VE YÖNTEM	26
3.1 KULLANILAN ATIKSU NUMUNELERİ VE HAZIRLIK SÜREÇLERİ.....	26
3.2 DEĞİŞKEN ÇEVRESEL PARAMETRELER	32
3.3 ÇOK KATMANLI DİREKT NANOFİLTRASYON SİSTEMİ VE UYGULAMA PROTOKOLLERİ	33
3.4 KONTAMİNASYON KONTROLÜ	39
3.5 BAKTERİYOLOJİK ÇALIŞMALAR	40

3.5.1 Atıksudaki Serbest Bakteri Sayısının Belirlenmesi	41
3.5.1.1 Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) Sayısının Belirlenmesi.....	42
3.5.1.2 <i>Escherichia coli</i> (E. coli) Sayısının Belirlenmesi	42
3.5.2 Mikroplastiklere Tutunan Bakteri Düzeyinin Membran Filtrasyon Yöntemi ile Tayini	44
3.5.2.1 Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) ve <i>Escherichia coli</i> (E. coli) Sayısının Belirlenmesi	46
3.5.2.2 Birim Dönüşümleri, KOB/Adet Mikroplastik ve Logaritmik Hesaplamalar	47
3.5.3 Farklı Filtreler Kullanılarak Mikroplastiklere Tutunan Bakteri Düzeyinin Belirlenmesi	48
3.5.3.1 Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) ve <i>Escherichia coli</i> (E. coli) Sayısının Belirlenmesi	50
3.6 ATIK SUDA MİKRO VE NANOPLASTİKLERİN ANALİZİ.....	51
3.6.1 Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu (FE-SEM) ile Mikroplastiklere Bağlı Bakteri Görüntüleme	51
3.6.1.1 Bakteri Hücresi Fiksasyonu	52
3.6.2 Fenton Yöntemi ile Atıksu Numunelerinden Organik Madde Giderimi	54
3.6.3 Numune Parametrelerinin Kontrolü (KOİ, Bulanıklık, pH).....	61
3.6.4 Naylon ve Rejenere Selüloz Membran Filtreler İle Filtrasyon	61
3.6.5 Mikro-Raman Spektroskopisi ile Mikro ve Nanoplastiklerin Analizi	63
3.7 İSTATİKSEL ANALİZLER.....	70
4. BULGULAR.....	72
4.1 E. COLİ VE TOPLAM HETEROTROFİK AEROBİK BAKTERİ (HAB) GELİŞİM/ DEĞİŞİM DÜZEYLERİ	72
4.1.1 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sentetik Atıksu Numunelerinde E. coli ve Toplam Heterotrofik Aerobik Bakterinin (HAB) Zamana Bağlı Gelişim/ Değişim Düzeyleri.....	72
4.1.1.1 Atıksuda Serbest Bakteri Düzeyindeki Gelişim/ Değişim.....	72
4.1.1.2 Mikroplastiklerin Üzerine Tutunan Bakteri Düzeyindeki Gelişim/Değişim.....	73
4.1.1.3 İstatistiksel Analizler.....	77
4.1.2 Yüksek (YOİ) ve Düşük (DOİ) Organik İçerikli Sentetik Atıksu Sistemlerinde (4L) Serbest ve Mikroplastığa Tutunan Bakteri Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi	78
4.1.2.1 Atıksudaki Serbest E. coli ve HAB Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi	78
4.1.2.2 Mikroplastiklere Tutunan E. coli ve HAB Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi	81

4.1.2.3 Atıksudaki Serbest ve Mikroplastiklere Bağlı E.coli Gelişim/Değişim Düzeyinin Zamansal Karşılaştırılması.....	84
4.1.2.4 Atıksudaki Serbest ve Mikroplastiklere Bağlı HAB Gelişim/Değişim Düzeyinin Zamansal Karşılaştırılması.....	86
4.1.2.5 Atıksuda Serbest E.coli ve HAB Gelişim/Değişim Düzeyinin Zamansal Karşılaştırılması	88
4.1.2.6 Mikroplastiklere Bağlı E.coli ve HAB Gelişim/Değişim Düzeyinin Zamansal Karşılaştırılması	89
4.1.2.7 İstatistiksel Analizler.....	90
4.1.3 dNF Sistemi Öncesi ve Sonrasında ReaktörX (15L) Sentetik Atıksuyu ile Gerçek Konvansiyonel ve İleri (MBR) Evsel Arıtma Atıksu Sistemlerinde E. coli ve HAB Gelişim/ Değişim Düzeyleri ve dNF Giderim Oranları %	92
4.1.3.1 İstatistiksel Analizler.....	100
4.1.4 dNF Öncesi ve Sonrasında Farklı Filtrelerle İzole Edilen Mikroplastik-İlişkili Bakteri Düzeylerinin Karşılaştırmalı Analizi	101
4.1.4.1 dNF Sistemi Öncesi Farklı Filtre Por Boyutları ile E.coli ve HAB Giderimi	101
4.1.4.2 dNF Sistemi Sonrası Farklı Filtre Por Boyutları ile E.coli ve HAB Giderimi	106
4.1.4.3 İstatistiksel Analizler.....	110
4.2 DEĞİŞKEN ÇEVRESEL PARAMETRELER (ÇÖZÜNMÜŞ OKSİJEN, SICAKLIK, İLETKENLİK, TUZULUK, KOİ, BULANIKLIK VE PH)	111
4.3 FE-SEM İLE MİKROPLASTİK-BAKTERİ ETKİLEŞİMLERİNİN GÖRSELLEŞTİRİLMESİ.....	116
4.4 FENTON YÖNTEMİ UYGULAMASI SONUÇLARI.....	122
4.4.1 Fenton Uygulamasının Mikroplastik Yapısına Etkilerinin Mikroskopik İncelemesi	125
4.5 MİKRO-RAMAN SPEKTROSKOPİSİ İLE MİKRO-NANOPLASTİKLERİN ANALİZ SONUÇLARI	127
4.5.1 Referans (Ref1, Yön1-Ref 2 ve Yön2-Ref 2) Numunelerinin Analizi	127
4.5.2 Naylon Filtreler İle Yapılan Mikro-Nanoplastik Analizinin Geçersiz Pozitif Sonuçları	129
4.5.3 Rejenere Selüloz (RC) Filtreler İle Yapılan Mikro-Nanoplastik Analizleri	132
4.5.3.1 dNF Öncesi Fenton – Protokol 1 (Yön1) Numunelerinin Analizi	132
4.5.3.2 dNF Öncesi Fenton – Protokol 2 (Yön 2) Numunelerinin Analizi	134
4.5.3.3 dNF Sonrası Reaktör X Sentetik Atıksu, Konvansiyonel ve MBR Atıksu Numunelerinin Analizi	136
4.5.4 Mikro ve Nanoplastiklerin Boyut ve Yoğunluk Analizi	144
4.5.4.1 İstatistiksel Analizler.....	150

5. TARTIŞMA VE SONUÇ	152
KAYNAKLAR.....	176
EKLER.....	191
EK 1. DENEYLERDE Kullanılan Besiyerleri ve Kimyasal Maddeler	191
ÖZGEÇMİŞ	194



ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa No

Şekil 2.1 Birincil, İkincil ve Üçüncül Arıtma Proseslerine Sahip Atıksu Arıtma Tesislerindeki Tahmini MP Akışı. Sun ve diğ. (2019)'dan Uyarlanmıştır (Koyuncuoğlu, 2021; Sun ve diğ., 2019).	21
Şekil 3.1 Ultra Saf Su Üretim Pilotu (Ökoteck, 2021).....	27
Şekil 3.2 Sentetik Evsel Atıksu Hazırlama Aşamaları	29
Şekil 3.3 Konvansiyonel Evsel Atıksu Arıtma Tesisi Akım Şeması.....	31
Şekil 3.4 İleri (MBR) Evsel Atık Su Arıtma Tesisi Akım Şeması	31
Şekil 3.5 Laboratuvar Ölçekli Çok Katmanlı İnce Boşluklu Fiber Yapıdaki Nanofiltrasyon (dNF40) Membran Modülü (NX Filtration, 2021)	33
Şekil 3.6 Bir Tane Boşluklu Fiber Membran Kesiti ve Fiberin İç Kısımında Bir Polielektrolit Nano Tabaka Kaplamalı Yoğun Polietersülfon (PES) Desteği- Çok Katmanlı Nanofiltrasyon (dNF40) Membranı (NX Filtration, 2021)	34
Şekil 3.7 Çok Katmanlı Direkt Nanofiltrasyon Laboratuvar Ölçekli Test Pilotu (Ökoteck, 2021)	35
Şekil 3.8 Çok Katmanlı Direkt Nanofiltrasyon Laboratuvar Ölçekli Test Pilotu Borulandırma ve Enstrümantasyon Diyagramı (P&ID) (Ökoteck, 2021)	36
Şekil 3.9 (a) Endo Agar Besiyerinde Gelişen <i>E. coli</i> ; (b) Nutrient Agar Besiyerinde Gelişen HAB.....	43
Şekil 3.10 Serbest Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) ve <i>E. coli</i> Sayısının Belirlenmesi.....	44
Şekil 3.11 Mikroplastiklere Tutunan Bakteri Düzeyinin Belirlenmesi için Nutrient Broth İçerisine Aktarılan Membran Filtre.....	45
Şekil 3.12 Mikroplastiklere Tutunan Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) ve <i>E. coli</i> Düzeyinin Membran Filtrasyon Yöntemi ile Tayini	46
Şekil 3.13 Kabin İçinde Gerçekleştirilen Çeşitli Por Açıklığına Sahip (1 µm Yakın Üst ve Altı) Filtreler ile Filtreleme İşlemlerinden Bir Görünüm.	49
Şekil 3.14 Kademeli Membran Filtrasyon Sonrası Mikroplastiklere Tutunan Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) ve <i>E. coli</i> Sayılarının Belirlenmesi	51

Şekil 3.15 Fiksasyonu Tamamlanmış Numuneler, Elektron Mikroskobu Örnek Tablasına Karbon Bantları Üzerine Yerleştirilip Kurutulmuştur	53
Şekil 3.16 (a) Leica EM ACE600 Marka Kaplama Cihazı, (b) Kurutulmuş ve Altın/Palladyum (Au/Pd) ile Kaplanmış Örnekler, FE-SEM Cihazına Yerleştirilmiştir.	53
Şekil 3.17 Hitachi Regulus 8230 Marka/Model Taramalı Elektron Mikroskobu (FE-SEM; ARUM, 2023)	54
Şekil 3.18 Protokol 1 (Yön1) İçin Hazırlanan Numuneler.....	59
Şekil 3.19 Protokol-1 0.05M Fe (II) Solüsyonu + %30 H ₂ O ₂ Eklenen Numunenin 60°C'ye Isıtılması.	59
Şekil 3.20 Protokol 2 (Yön 2) İçin Hazırlanan Numuneler.....	59
Şekil 3.21 Mikro-Raman'da İncelenen Filtre Numuneleri	62
Şekil 3.22 Jasco NRS 3100 Model Raman Mikro Spektroskopi Cihazı (Barlas Turan, 2023)	66
Şekil 3.23 Horiba LabRAM Soleil Raman Mikro Spektroskopi Cihazı (ST Instruments, 2024)	66
Şekil 3.24 Mikro-Nanoplastik İzolasyon Çalışmaları	68
Şekil 3.25 Tez Çalışmamız Kapsamında Gerçekleştirilen İşlemler ve Kullanılan Numuneler	69
Şekil 4.1 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sentetik Atıksu Sistemleri ve Kontrol Grubu (1L) Dört Haftalık Süreç Boyunca Ortalama Serbest <i>E. coli</i> Gelişim/Değişim Düzeylerinin Karşılaştırılması (Tablo 4.1).....	75
Şekil 4.2 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sentetik Atıksu Sistemleri ve Kontrol Grubu (1L) Dört Haftalık Süreç Boyunca Ortalama Serbest HAB Gelişim/Değişim Düzeylerinin Karşılaştırılması (Tablo 4.1).....	76
Şekil 4.3 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sentetik Atıksu Sistemleri ve Kontrol Grubu (1L) Dört Haftalık Süreç Boyunca Ortalama MP'lere Bağlı <i>E. coli</i> Gelişim/Değişim Düzeylerinin Karşılaştırılması (Tablo 4.2).....	76
Şekil 4.4 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sentetik Atıksu Sistemleri ve Kontrol Grubu (1L) Dört Haftalık Süreç Boyunca Ortalama MP'lere Bağlı HAB Gelişim/Değişim Düzeylerinin Karşılaştırılması (Tablo 4.3).....	77
Şekil 4.5 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest <i>E. coli</i> Ortalama Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişim/Gelişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)].....	80
Şekil 4.6 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest HAB Ortalama Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişim/Gelişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)].....	81

Şekil 4.7 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde MP'lere Bağlı Ortalama <i>E. coli</i> Düzeyinin Zamana Bağlı Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)]	83
Şekil 4.8 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde MP'lere Bağlı Ortalama HAB Düzeyinin Zamana Bağlı Değişim/Gelişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)].....	84
Şekil 4.9 YOİ ve DOİ Sentetik Atık Su Sistemlerinde Serbest ve MP'lere Bağlı <i>E. coli</i> Düzeylerinin Zamansal Değişiminin Karşılaştırılması [$\log_{10}$ (KOB/ml)]	85
Şekil 4.10 YOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest Halde ve MP'lere Bağlı Bulunan Ortalama <i>E. coli</i> Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)].....	85
Şekil 4.11 DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Atıksuda Serbest Halde ve MP'lere Bağlı Bulunan Ortalama <i>E. coli</i> Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)].....	86
Şekil 4.12 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest ve MP'lere Bağlı HAB Düzeylerinin Zamansal Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)].....	87
Şekil 4.13 YOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Atıksuda Serbest Halde ve MP'lere Bağlı Bulunan Ortalama HAB Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)].....	87
Şekil 4.14 DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Atıksuda Serbest Halde ve MP'lere Bağlı Bulunan Ortalama HAB Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)].....	88
Şekil 4.15 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest <i>E. coli</i> ve HAB Düzeylerinin Haftalara Göre Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)].....	89
Şekil 4.16 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Mikroplastiklere Tutunan <i>E. coli</i> ve HAB Düzeylerinin Haftalara Göre Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)]	90
Şekil 4.17 dNF Sistemi Öncesi ve Sonrası $\log_{10}$ Dönüşümlü <i>E. coli</i> ve HAB $\log_{10}$ (KOB/ml) Düzeylerinin Karşılaştırılması	95
Şekil 4.18 Serbest <i>E. coli</i> İçin Gruplar Arası dNF Öncesi ve Sonrası $\log_{10}$ (KOB/ml) Düzeylerinin Kıyaslanması	96
Şekil 4.19 MP Bağlı <i>E. coli</i> İçin Gruplar Arası dNF Öncesi ve Sonrası $\log_{10}$ (KOB/ml) Düzeylerinin Kıyaslanması	97
Şekil 4.20 Serbest HAB İçin Gruplar Arası dNF Öncesi ve Sonrası $\log_{10}$ (KOB/ml) Düzeylerinin Kıyaslanması	98
Şekil 4.21 MP Bağlı HAB İçin Gruplar Arası dNF Öncesi ve Sonrası $\log_{10}$ (KOB/ml) Düzeylerinin Kıyaslanması	99
Şekil 4.22 dNF Öncesi Sentetik (Reaktör X) ve Gerçek Atıksu (Konvansiyonel, MBR) Numunelerindeki <i>E.coli</i> Düzeyleri [$\log_{10}$ (KOB/100ml)] ve Giderim Oranları %	104
Şekil 4.23 dNF Öncesi Sentetik (Reaktör X) ve Gerçek Atıksu (Konvansiyonel, MBR) Numunelerindeki HAB Düzeyleri [$\log_{10}$ (KOB/100ml)] ve Giderim Oranları %	104

Şekil 4.24 dNF Öncesi Farklı Filtreler ile <i>E. coli</i> ve HAB Konsantrasyonları Giderim Oranları %	106
Şekil 4.25 dNF Sonrası <i>E. coli</i> Düzeyleri (KOB/100ml) ve Giderim Oranları %	109
Şekil 4.26 dNF Sonrası HAB Düzeyleri (KOB/100ml) ve Giderim Oranları %	109
Şekil 4.27 dNF Sonrası <i>E. coli</i> ve HAB Düzeyleri (KOB/100ml) ve Giderim Oranları %	110
Şekil 4.28 Reaktör X Sentetik Atıksu Numunesi dNF Öncesi FE-SEM Görüntüleri: (a-b) Çubuksu Morfolojide ve ~1–2 µm Uzunluğunda Bakteriyel Yapılar (a:10.000x Büyütme, b:5.000x Büyütme); (c) 184 µm Çapında Bir Polistiren (PS) Mikroplastik Partikülün Genel Görünümü (400x Büyütme); (d) Aynı Mikroplastik Partikülün Yüzeyine Tutunmuş Bakteriyel Yapılar (5.000x Büyütme, Kırmızı Daire İçinde Detaylı Gösterim); (e) Yaklaşık 200 µm Çapındaki Mikroplastik Partiküller ile, Farklı Büyüklükte Mikroplastik ve Nanopartiküllerin Sistem İçerisindeki Dağılımı (30x Büyütme).	117
Şekil 4.29 Reaktör X Sentetik Atıksu Numunesi dNF Sonrası FE-SEM Görüntüleri: (a) dNF Sonrası Yüzeyde Bakteri ve Mikroplastik Partikül Bulunamayan Genel Görünüm (1000x Büyütme); (b) Geniş Yüzey Taramasında Partikül veya Hücresel Yapı Bulunmayan Alan (250x Büyütme); (c) Yüzeyde Gözlemlenen Nanoboyutta, Tanımlanamayan Partikül Benzeri Yapılar (10.000x Büyütme); (d) Nanometre Ölçeğinde Düzensiz Yapılar ve Potansiyel Organik Kalıntılar (50.000x Büyütme). ...	118
Şekil 4.30 Konvansiyonel Sistem dNF Öncesi FE-SEM Görüntüleri: (a) Bakteri Hücrelerinin Kümelendiğinin Gözlemlendiği Yüzey Görünümü (5000x Büyütme); (b) Mikroplastik Benzeri Partiküllerin Genel Dağılımı (1000x Büyütme); (c) Yüzey Üzerinde Mikrometre Boyutunda Partiküller ve Dağınık Bakteriyel Oluşumlar (5000x Büyütme); (d) Küçük Partikül Kümelenmeleri ve Bakteriyel Yapıların Detaylı Görünümü (10.000x Büyütme).	119
Şekil 4.31 Konvansiyonel Sistem dNF Sonrası FE-SEM Görüntüleri: (a) Geniş Yüzey Taramasında Partikül veya Bakteri Hücresi Gözlenmeyen Alan (1000x Büyütme); (b) Yüzey Üzerinde Düzensiz Dağılmış, Nanoboyutta ve Tanımlanamayan Partikül Benzeri Küçük Yapılar (10.000x Büyütme).....	120
Şekil 4.32 MBR Sistemi dNF Öncesi FE-SEM Görüntüler: (a) Yüzeyde Düşük Yoğunlukta Partikül Birikimi ve Küçük Yapıların Genel Görünümü (500x Büyütme); (B) Birikim Alanına Ait Detaylı Görüntüde Düzensiz Morfolojili Yapıların İzlenmesi (1000x Büyütme); (c) Mikroplastik Benzeri Yapılar ve Partikül Kalıntılarının Yakın Görünümü (2000x Büyütme).....	121
Şekil 4.33 MBR Sistemi dNF Sonrası FE-SEM Görüntüleri: (a-b) Bakteriyel Hücre veya Mikroplastik Partikül Bulunmayan, Düşük Partikül Yoğunluklu Yüzey Görünümleri.....	121
Şekil 4.34 dNF Öncesi Fenton Protokol-1 (Yön1) Uygulanan Numunelerde Gözlenen Çökeltme Görünümü (Üç Gün Oda Sıcaklığında Bekleme Ardından).....	123

Şekil 4.35 dNF Öncesi Fenton Protokol-2 (Yön 2) Uygulanan Numunelerde Gözlenen Hafif Çökeltme Görünümü (Üç Gün Oda Sıcaklığında Bekleme Ardından).....	123
Şekil 4.36 Steril Ultra Saf Su ve Mikroplastik İlavesi ile Hazırlanan (Bölüm 3.6.2) Referans Numunelerinin Üç Gün Oda Sıcaklığında Bekletilmesi Ardından Görünümü: (a) Fenton Uygulanmamış Ref 1 Numunesi, (b) Fenton Protokol 1 (Yön1) Uygulanan Ref 2 Numunesi, (c) Fenton Protokol 2 (Yön 2) Uygulanan Ref 2 Numunesi)	126
Şekil 4.37 (a) Fenton Yöntemi Uygulanmamış Ref-1 Numunesinin Işık Mikroskobu Görüntüsü (400x Büyütme, 1 Piksel = 263.6 µm), (b) Protokol-2 (Yön-2) Numunesinin Işık Mikroskobu Görüntüsü (400x Büyütme), (c) Protokol-1 (Yön-1) Numunesinin Jasco NRS-3100 Mikro-Raman Cihazı Optik Mikroskobu ile Elde Edilen Görüntüsü (20x Büyütme).	126
Şekil 4.38 Sigma Aldrich Firmasından Temin Edilen Farklı Boyutlardaki (0,055 µm, 100 Nm, 1 µm, 10 µm ve 200 µm) Ticari Polistiren (PS) Mikro ve Nanoplastiklere Ait Ayrı Ayrı Elde Edilen Jasco NRS -3100 Model Mikro Raman Spektrumları.	128
Şekil 4.39 Fenton Yöntemi Uygulanmamış Ref-1 Numunesi ile Fenton Protokol-1 (Ref-2) ve Fenton Protokol-2 (Ref-2) Uygulanmış Atıksu Numunelerine Ait Polistiren (PS) Mikroplastiklere Ait Elde Edilen Jasco NRS -3100 Model Mikro Raman Spektrumları.	128
Şekil 4.40 Konvansiyonel Sistem Atıksu Numunelerinin (Yön 1, naylon membran filtre ile süzölmüş, dNF öncesi) Örnek Mikroskobik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili µ-Raman Spektrumları: (a) 500 nm Poliakrilik Asit (PAA; HQI: %71,07), (b) 1 µm Poliakrilamid (PAM; %63,33), (c) 2 µm Poliamid 6 (PA 6; %79,36), (d) 700 nm Poliamid 6 (PA 6; %81,14), (e) Karşılaştırmalı Spektrumları.	130
Şekil 4.41 MBR Sistem Atıksu Numunelerinin (Yön 1, Naylon Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF öncesi) Örnek Mikroskobik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili µ-Raman Spektrumları: (a) 500 nm Poliamid 6 (PA 6, HQI: %83,44), (b) 5 µm Poliamid 6 (PA 6, HQI: %83,58), (c) 10 µm Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %58,10) ve (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.	130
Şekil 4.42 Ultra Saf Su Numunelerinin (Yön 1, Naylon Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF öncesi) Örnek Mikroskobik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili µ-Raman Spektrumları: (a1) 4 µm Poliamid 6 (PA 6, HQI: %70,04), (a2) 500 nm Poliamid 6 (PA 6, HQI: %63,29), (b) 15 µm Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %67,60) ve (c) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.	131
Şekil 4.43 Boş (Şahit) Naylon Membran Filtrelerinin Örnek Mikroskobik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili µ-Raman Spektrumları: (a1) 1 µm Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %68,46), (a2) 150 nm Poliamid 6 (PA 6, HQI: %79,54), (b) 10 µm Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %65,25), (c) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.	131
Şekil 4.44 Reaktör X Sentetik Atıksu Numunelerinin (Yön 1, Rejenere Selüloz (RC) Filtre ile Süzölmüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskobik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili µ-Raman Spektrumları: (a) 200 µm polistiren (PS, HQI:64), (b) 10 µm	

polistiren (PS, HQI:66), (c) 1 µm polistiren (PS, HQI:64), (d) 0,5 µm polikloropren (CR, HQI:68), (e) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.	132
Şekil 4.45 Konvansiyonel Sistem Atıksu Numunelerinin (Yön 1, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili µ-Raman Spektrumları: (a) 1 µm Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %57,50), (b) 1 µm Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %55,67), (c) 10 µm Poliakrilamid (PA, HQI: %50,58), (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.	133
Şekil 4.46 MBR Sistem Atıksu Numunelerinin (Yön 1, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili µ-Raman Spektrumları: (a) 2 µm Poliviniliden Florür (PVDF, HQI: %64,0), (b) 10 µm Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %61,92), (c) 5 µm Polyester (PET, HQI: %40,85) ve (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.	133
Şekil 4.47 Ultra Saf Su Numunelerinin (Yön 1, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili µ-Raman Spektrumları: a) 100 µm Pamuk (HQI: %78), (b) 100 µm Pamuk (HQI: %89), (c) 50 µm Kopolimer PBMA-IBMA (HQI: %72), (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.	134
Şekil 4.48 Reaktör Sistemi Atıksu Numunelerinin (Yön 2, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili µ-Raman Spektrumları: a) 1 µm Poliakrilik Asit (PAA, HQI:53,91), (b) 10 µm Polistiren (PS, HQI:66,20), (c) 250nm polistiren (PS, HQI:61,12), (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.	135
Şekil 4.49 Konvansiyonel Sistem Atıksu Numunelerinin (Yön 2, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili µ-Raman Spektrumları: (a) 1 µm Polistiren (PS, HQI:53,23), (b) 10 µm Polistiren (PS, HQI:77,38), (c) 25µm Polistiren (PS, HQI:86,55), (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.	135
Şekil 4.50 MBR Sistem Atıksu Numunelerinin (Yön 2, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili µ-Raman Spektrumları: (a) 7 µm Polistiren (PS, HQI:62,30), (b) 500 nm Polyester (HQI:36,51), (c) 8 µm Poliüretan (PU, HQI:56,55), (d) 6 µm Polistiren (PS, HQI:36,51), (e) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.	136
Şekil 4.51 Konvansiyonel Sistem Atıksu Numunelerinin (Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Sonrası) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili µ-Raman Spektrumları: (a) 2 µm Polyester (PET, HQI:42,12), (b) 5 µm Polyester (PET, HQI:46,76), (c) 500 nm Polyester (PET, HQI:55,77), (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.	137
Şekil 4.52 Reaktör X Sentetik Atıksu Numuneleri İçin (Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Sonrası) Örnek Mikroskopik Görüntü (50x objektif) ve İlgili µ-Raman Spektrumu (a) 250 nm Poliviniliden Florür (PVDF, HQI:46,42), (b) İlgili Mikro-Raman Spektrumu.	137

Şekil 4.53 MBR Sistemi Atıksu Numuneleri (Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Sonrası) ÖrneK Mikroskobik Görüntöleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: (a) 1 μ m Polyester (PET, HQI:40,64), (b) 500 nm Polyester (PET, HQI:45,42), (c) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.	138
Şekil 4.54 Boş (Şahit) Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtrelerinin ÖrneK Mikroskobik Görüntöleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: (a) 10 μ m Polikarbonat (PC) (HQI: %47,24), (b) 50 nm Polistiren (PS) (HQI: %38,51), (c) 1 μ m Pamuk Lifi (HQI: %50,59) ve (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.	138
Şekil 4.55 Ultra Saf Su Numunelerinin (Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Sonrası) ÖrneK Mikroskobik Görüntöleri (5x Objektif), Mikro-Raman Spektrumu Alınamamıştır.....	139
Şekil 4.56 Naylon ve RC Filtreler ile Süzülen Konvansiyonel MBR Atıksu Numunelerinde, Mikro-Raman Analizi ile Tespit Edilen Polimer Türleri ve Yüzdelerinin Karşılaştırılması	141
Şekil 4.57 Naylon ve RC Membran Filtrelerde Tespit Edilen Çeşitli Polimerler ve Partiköl Boyutları.....	141
Şekil 4.58 ReaktörX Sentetik Atıksu ÖrneKlerinde MNP Dağılımı (Yön1, Yön2 ve dNF Çıkışı)	148
Şekil 4.59 Konvansiyonel Atıksu ÖrneKlerinde MNP Dağılımı (Yön1, Yön2 ve dNF Çıkışı)	148
Şekil 4.60 MBR (İleri Arıtım) Atıksu ÖrneKlerinde MNP Dağılımı (Yön1, Yön2 ve dNF Çıkışı)	149

TABLO LİSTESİ

	Sayfa No
Tablo 2.1 Mikro-Nanoplastiklerin Fiziksel Karakterizasyon Yöntemleri.....	17
Tablo 2.2 Mikro-Nanoplastiklerin Kimyasal Karakterizasyon Yöntemleri	18
Tablo 2.3 Literatürde Uygulanan Örnek MP/NP Analiz Yöntemleri ve Tespit Edilen Polimer Türleri.....	19
Tablo 2.4 (devam) Literatürde Uygulanan Örnek MP/NP Analiz Yöntemleri ve Tespit Edilen Polimer Türleri.....	20
Tablo 2.5 Atıksu Arıtma Tesislerinde İleri Arıtım Amacıyla Uygulanan Teknolojilerin (MF (MBR), MBR(UF), NF, dNF, RO) Genel Özelliklerinin Kıyaslanması	23
Tablo 3.1 Sentetik atıksu hazırlamada kullanılan maddeler ve miktarları (OECD, 2001)	26
Tablo 3.2 Reaktör X (15L) İçin Hazırlanan Sentetik Atıksuya İlave Edilen Mikro/Nano Plastik (Sigma Aldrich) Boyutları ve ml'deki Partikül Adedi.	28
Tablo 3.3 Reaktör (1L) İçin Hazırlanan Sentetik Atıksuya İlave Edilen Mikro/Nano Plastik (Sigma Aldrich) Boyutları ve ml'deki Partikül Adedi	29
Tablo 3.4 YOİ ve DOİ Sistemleri İçin Hazırlanan 4 Litrelik Sentetik Atıksu Ortamları	30
Tablo 3.5 YOİ ve DOİ Sistemlerine İlave Edilen Mikroplastik Boyutu ve ml'deki Partikül Adedi.	30
Tablo 3.6 dNF40 Membranının Özellikleri ve Çalışma Sınırları (NX Filtration, 2021).	34
Tablo 3.7 Çok Katmanlı Direkt Nanofiltrasyon Laboratuvar Ölçekli Test Pilotu Borulandırma ve Enstrümantasyon Diyagramı (P&ID) Kurulum Şeması Açıklamaları (Şekil 3.8)	36
Tablo 3.8 Bakteriyolojik Çalışmalarda Kullanılan Numuneler ve Analiz Yöntemleri.....	41
Tablo 3.9 Atıksulardaki Mikroplastiklere Bağlı Bakterilerin İncelenmesi İçin Kullanılan Çeşitli Boyutlardaki Filtre Malzemeleri.....	50
Tablo 3.10 Bakteri Hücrelerinin Dehidrasyonu İçin Artan Etanol Konsantrasyonları (ARUM, 2023).....	53
Tablo 3.11 Ref-1 ve Ref-2 Numuneleri İçine İlave Edilen Mikro/Nano Plastik (Sigma Aldrich) Boyutları ve Mililitredeki Partikül Adedi	57
Tablo 4.1 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Atıksudaki Serbest <i>E. coli</i> ve HAB Düzeyleri	73

Tablo 4.2 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sistemlerinde MP Bağlı <i>E. coli</i> Düzeyleri.....	74
Tablo 4.3 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sistemlerinde MP Bağlı HAB Düzeyleri.....	75
Tablo 4.4 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest <i>E. coli</i> Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi (KOB/ml)	79
Tablo 4.5 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest HAB Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi (KOB/ml)	80
Tablo 4.6 YOİ ve DOİ Ortamlarında MP'lere Bağlı <i>E. coli</i> Düzeyi (KOB/100 ml, ≈ KOB/Adet MP)	82
Tablo 4.7 YOİ ve DOİ Ortamlarında MP'lere Bağlı HAB Düzeyinin (KOB/100 ml, ≈ KOB/Adet MP)	83
Tablo 4.8 dNF Öncesi ve Sonrası Serbest/MP Bağlı <i>E.coli</i> ve HAB Düzeyleri [Log ₁₀ (KOB/ml)] ve Giderim %	93
Tablo 4.9 dNF Öncesi Sentetik (Reaktör X)ve Gerçek Atıksu (Konvansiyonel ve MBR) Sistemlerinde <i>E.coli</i> Giderimi için Por Açıklığına Bağlı Mikrofiltrasyon Verimliliği	102
Tablo 4.10 dNF Öncesi Sentetik (Reaktör X)ve Gerçek Atıksu (Konvansiyonel ve MBR) Sistemlerinde HAB Giderimi için Por Açıklığına Bağlı Mikrofiltrasyon Verimliliği	103
Tablo 4.11 dNF Sonrası Sentetik (Reaktör X) ve Gerçek Atıksu (Konvansiyonel ve MBR) Sistemlerinde <i>E.coli</i> Giderimi için Por Açıklığına Bağlı Mikrofiltrasyon Verimliliği	107
Tablo 4.12 dNF Sonrası Sentetik (Reaktör X) ve Gerçek Atıksu (Konvansiyonel ve MBR) Sistemlerinde HAB Giderimi için Por Açıklığına Bağlı Mikrofiltrasyon Verimliliği	108
Tablo 4.13 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sentetik Atıksu Sistemleri ve Kontrol Numunelerinde Örneklem Sırasında Kaydedilen Çevresel Parametreler	112
Tablo 4.14 Yüksek (YOİ) ve Düşük (DOİ) Organik İçerikli Sentetik Atıksu ve Kontrol Numunelerinde Örneklem Sırasında Kaydedilen Çevresel Parametreler	113
Tablo 4.15 dNF Öncesi ve Sonrası Reaktör X (15L) Sentetik Atık Su, Konvansiyonel Eysel Atık Su ve MBR Atık Su Numunelerinde Örneklem Sırasında Kaydedilen Çevresel Parametreler	115
Tablo 4.16 Fenton Yöntemi Öncesi ve Sonrasında Atıksu Numunelerinin Bulanıklık (NTU), Kimyasal Oksijen İhtiyacı (KOİ, mg/l) ve pH Değerlerindeki Ortalama Değişimler.	124

Tablo 4.17 Seçilen Şüpheli Mikro ve Nanoplastik Partiküllerin, Kullanılan Naylon ve RC Membran Filtre Tipine Göre Mikro- Raman Spektrumlarının Referans Kütüphane ile Karşılaştırılması ve Elde Edilen Eşleşme Kalitesi (HQI) Yüzdeleri.	139
Tablo 4.18 Naylon Membran Filtrelerde Görüş Alanı Başına Mikro-Raman ile Tespit Edilen Ortalama MNP Boyut/Yoğunluk Dağılımı	142
Tablo 4.19 Farklı Atıksu Tipleri ve Uygulanan Protokoller Sonrasında, dNF Öncesi ve Sonrası Alınan Numunelerde Mikro-Raman Analizleri ile Belirlenen Şüpheli MNP Boyutları, Kimyasal Yapıları ve HQI Değerleri Sunulmuştur.	143
Tablo 4.20 dNF Öncesi Görüş Alanı Başına Mikro-Raman ile Belirlenen Ortalama MNP Boyut ve Yoğunluk Dağılımı (Birincil Filtre Verileri).....	146
Tablo 4.21 dNF Sonrası Mikro-Raman Analizi ile Ortalama MNP Yoğunluğu (adet/1,4 mm ²) ve Boyut Dağılımı (Birincil Filtre Verileri).....	147
Tablo 4.22 dNF Öncesi ve Sonrası Mikro-Nanoplastik Ortalama Giderim Verimi % (Birincil Filtre Verileri)	150

SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ

Simgeler	Açıklama
μ	:Mikro
%	:Yüzde
$^{\circ}\text{C}$	:Santigrat derece
‰	:Binde
As	:Arsenik
Cd	:Kadmiyum
Cr	:Krom
Cu	:Bakır
Pb	:Kurşun
μm	:Mikrometre
L	:Litre
μL	:Mikrolitre
mS/cm	:Milisiemens/santrimetre
ml	:Mililitre
mg	:Miligram
mg/l	:Miligram/Litre
nm	:Nanometre
rpm	:Revolutions per minute (Dakikadaki devir sayısı)

Kısaltmalar	Açıklama
ANOVA	:Varyans Analizi
AAT	:Atıksu arıtma tesisi
dNF	:Çok katmanlı direkt nanofiltrasyon membranı laboratuvar test pilotu
dNF 40	:Çok katmanlı direkt nanofiltrasyon membranı
FTIR	:Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi
HAB	:Heterotrofik aerobik bakteri
HQI	:Eşleşme kalitesi
KOB	:Koloni oluşturan birim
KOI	:Kimyasal oksijen ihtiyacı
LDPE	:Düşük yoğunluklu polietilen

LOD	:Düşük analitik tespit sınırı (Limit of detection)
MBR	:Membran biyo-reaktör
MF	:Mikrofiltrasyon
MP	:Mikroplastik
MNP	:Mikro- nanoplastik
NF	:Nanofiltrasyon
NP	:Nanoplastik
PA	:Poliamid
PAA	:Poliakrilik Asit
PAM	:Poliakrilamid
PB	:Fosfat tamponu (Phosphate Buffer)
PBDE	:Polibromlu difenil eterler
PC	:Polikarbonat
PE	:Polietilen
PES	:Polieter sülfon
PET	:Polietilen tereftalat
PP	:Polipropilen
PS	:Polistiren
PTFE	:Politetrafloroetilen
PU	:Poliüretan
PVC	:Polivinilklorür
PVDF	:Polyvinylidene fluoride
RO	:Ters osmoz
SEM	:Elektron Taramalı Mikroskop
SD	:Standart Sapma
UF	:Ultrafiltrasyon

ÖZET

DOKTORA TEZİ

ATIK SULARDA MİKRO/NANOPLASTİKLERİN ve MİKROPLASTİKLERE BAĞLI BAKTERİLERİN MEMBRAN TEKNİKLERİ ile GİDERİMİNİN ARAŞTIRILMASI

Nilay BARLAS TURAN

İstanbul Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Deniz ve İçsu Kaynakları Yönetimi Anabilim Dalı

Danışman : Prof. Dr. Gülşen ALTUĞ

Mikro ve nanoplastik kirliliği, su ekosistemleri ve çevresel su kalitesi için büyüyen bir küresel tehdit oluşturmaktadır. Konvansiyonel atıksu arıtma tesisleri, özellikle 20 µm'den küçük partikülleri etkili şekilde tutamamakta ve bu durum, ekosistemler ve insan sağlığı için risk oluşturmaktadır. Bu çalışmada, NX Filtration firmasının çok katmanlı direkt nanofiltrasyon membran (dNF40) teknolojisi, laboratuvar ölçeğindeki dNF sistemi içinde test edilerek, 20 µm'den küçük mikroplastiklerin, 1 µm'den küçük nanoplastikler ile mikroplastiklere bağlı bakterilerin giderim düzeyi analiz edilmiştir. Ayrıca, zamana bağlı olarak atık suda serbest yaşayan toplam bakteri ve mikroplastığe tutunan bakterilerin gelişimi/değişimi ve organik madde varlığının bu sürece olan katkısı karşılaştırılarak incelenmiştir.

OECD standartlarına uygun olarak kimyasallar ve Sigma Aldrich'ten ticari olarak temin edilen 100 nm, 0,055 µm, 1 µm, 10 µm, 200 µm boyutlarındaki polistiren mikro-nanoplastikler eklenerek ve McFarland testine göre 10⁸ KOB/100 ml konsantrasyonda *Escherichia coli* kültürü aşılansentetik evsel atıksu hazırlanmıştır (ReaktörX). Laboratuvar ölçekli dNF sistemi ile yapılan çalışmada, deneysel analizlerde üç farklı atıksu numunesi kullanılmıştır: (i) OECD standartlarına göre hazırlanan sentetik evsel atıksu (Reaktör X), (ii) konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarjından 24 saatlik kompozit örnekleme ile elde edilen gerçek atıksu, ve (iii) membran biyoreaktör (MBR) teknolojisine sahip ileri evsel arıtma tesisi deşarjından 24 saatlik kompozit olarak alınan gerçek atıksu numunesi. Tüm numuneler cam şişelerde 24 saat havalandırılarak bekletilmiştir. dNF öncesi ve sonrası alınan örneklerde kültürel yöntemlerle

bakteriyolojik analizler gerçekleştirilmiştir. Bakterilerin mikroplastiklere tutunma durumunu analiz etmek için, numuneler 0,45 µm'lik filtrelerle filtre edilmiş ve bakteri hücreleri fikse edilmiştir. İletkenliği artırmak amacıyla, Leica EM ACE600 cihazı ile altın/paladyum (Au/Pd) kaplama işlemi uygulanmış ve ardından Hitachi Regulus 8230 alan emisyonlu taramalı elektron mikroskobu (FE-SEM, 1 kV'da 0,9 nm çözünürlük) ile incelenmiştir. Ayrıca, çalışma sırasında düzeneklerden alınan ölçümlerde organik madde konsantrasyonu (KOI), pH, sıcaklık, çözünmüş oksijen konsantrasyonu, tuzluluk ve iletkenlik değerleri kaydedilmiştir.

Organik madde giderimi için Fenton yöntemi ($\text{FeSO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$) uygulanmış ve iki farklı protokol [ısıtmalı (60°C) ve ısıtmasız] test edilmiştir. Yüksek yoğunluklu mikro ve nanoplastiklerin kaybını önlemek için yoğunluk ayrımı işlemi uygulanmamıştır.

Laboratuvar ölçekli dNF öncesi ve sonrasında Reaktör-X sentetik ve gerçek evsel atıksu deşarj numuneleri, 1,6 µm; 1 µm; 0,7 µm; 0,45 µm; 0,2 µm por açıklığına sahip çeşitli membran filtreler ile filtre edilmiştir. Yapılan bakteriyolojik analizlerde ve bakterilerin mikroplastikler üzerine tutunması incelenerek kantitatif olarak sonuçlar elde edilebilmiştir. Çeşitli filtre denemelerinin ardından, direkt 0,2 por açıklığına sahip rejenere selüloz (RC) membran (Isolab, çap 47mm) filtrenin tıkanmadan çalışılabildiği belirlenip, membran filtre yüzeyinde şüpheli olarak seçilen mikro ve nanoplastiklerin boyut ve kimyasal karakterizasyonu için HORIBA LabRAM Soleil Raman Mikro Spektroskopi cihazı kullanılmıştır. dNF laboratuvar pilotu öncesi ve sonrasında, ağırlıklı olarak 10 µm'den küçük mikroplastikler ve 1 µm'den küçük nanoplastiklerin giderim düzeyi incelenmiştir. Mikroplastikler, <1 µm, 1-5 µm, 5-10 µm ve >10 µm olarak sınıflandırılmıştır. Mikro-Ramanda spektrumlar, görüntülerin merkezi noktalarından kaydedilmiş, Raman resimleri çekilmiş ve KnowItAll ile ID Finder kütüphaneleri kullanılarak kimyasal yapılar belirlenmiş, HQI yüzdeleriyle grafikler oluşturulmuş, çok katmanlı direkt nanofiltrasyon membran pilotunun mikro-nanoplastik giderimi üzerindeki etkisi araştırılmıştır.

Ek olarak çalışılan 0,2 µm por açıklığına sahip naylon membran filtrelerin (Millipore, GNWP 04700, çap 47mm, filtrasyon alanı ~1735 mm²) mikro-Raman cihazında kullanılmasının, filtre üzerinde tespit edilen parçacıkların kütüphane (%) tarafından yanlışlıkla yüksek kalite indeksine (HQI) sahip PA olarak tanımlanmasına yol açtığı da bu çalışmamızda belirlenmiştir.

Uygulanan Fenton yöntemleri kıyaslandığında, ısıtmalı (Yön1) ve ısıtmasız (Yön2) protokollerine göre su kalitesi olarak benzer sonuçlar elde edilse de mikro-Raman ile yapılan incelemeler sonrasında ısıtmasız (Yön2) protokolde, ısıtmalı (Yön1) protokole göre her bir numune için daha fazla mikro-nanoplastik yoğunluğu tespit edilmiştir.

dNF laboratuvar pilot sistemi ile ReaktörX sentetik atıksu, konvansiyonel gerçek atıksu arıtma tesisi deşarj sularında ve MBR teknolojisine sahip gerçek ileri atıksu arıtma tesisi deşarj numunesinde % 99'un üzerinde giderim verimi ile mikro-nanoplastiklerin giderimi sağlanmıştır.

dNF öncesi en düşük serbest bakteri ve mikroplastiklere bağlı bakteri sayısı MBR teknolojisine sahip ileri evsel atıksu arıtma tesisi deşarj suyunda tespit edilmiştir. dNF sisteminden geçirilen atıksuda, serbest ve MP bağlı bakterilerin giderim verimleri *E.coli* için sırasıyla % 99,954 ve % 99,971; HAB için ise % 99,962 ve % 99,972 olarak ölçülmüştür. Konvansiyonel evsel atıksu ve ReaktörX evsel sentetik atıksuda, dNF öncesi bakteri gelişimi MBR'lı sistemden daha yüksek olmakla birlikte, dNF sonrası tüm atıksu türlerinde benzer yüksek giderim oranları elde

edilmiştir. Bu, atıksudaki mikro ve nanoplastiklerin, MBR teknolojisi olmadan da dNF ile yüksek verimlilikte arıtılabileceğini göstermektedir.

Zamana bağlı mikroplastik bakteri etkileşimin izlenmesi amacıyla hazırlanan sentetik atıksu düzeneklerindeki mikroplastikler, bakteriler için ek yüzey alanı sağlayarak tutunma oranlarını artırmıştır. Özellikle organik maddece fakir ortamlarda bakterilerin mikroplastiklere tutunma eğilimi daha yüksek bulunmuştur.

Mikro-Raman analizleri, evsel atıksularda çoklu polimer tiplerinin varlığını ortaya koymuştur. FE-SEM de alınan 30x, 400x, 500x, 1000x, 5000x, 10.000x, 50.000x büyütme görüntüleri bağli olarak, çok katmanlı nanofiltrasyon laboratuvar pilotu öncesinde, mikroplastiklerin yüzeyinde bakteri tutunması doğrulanmıştır. Laboratuvar ölçeğinde dNF ile yapılan arıtım işlemi sonunda ise, numunelerde büyük yapıda partiküler madde ve bakteri gözlenmemiştir.

Çalışmamızda, mikro-nanoplastik giderimi için ilk kez direkt nanofiltrasyon (dNF) laboratuvar sistemi ve dNF40 membranı uygulanmıştır. Çok katmanlı dNF40, klasik spiral sarım NF membranlarından farklı, yenilikçi bir teknolojidir. Daha önce yalnızca mikrokirletici gideriminde test edilmiş olup mikro-nanoplastik giderimi için kullanılmamıştır. Çalışmamız, mikro-nanoplastiklerin ve mikroplastiklere bağli bakterilerin giderimiyle doğal alanların sürdürülebilir kullanımına katkı sağlamayı hedeflemiştir.

Tez çalışmamız kapsamında, dNF40 membranı mikro-nanoplastiklerin ve mikroplastiklere bağli bakterilerin evsel atıksu arıtma tesisi deşarj sularından gideriminde yüksek verimlilik sağladığını göstermiştir. Bu teknoloji, MBR gibi ileri arıtma yöntemlerine alternatif olabilecek potansiyele sahiptir. Ayrıca, mikroplastiklerin bakteriyel tutunma için bir yüzey oluşturduğu ve bu durumun patojen dağılımını artırarak ekosistem ve halk sağlığı için risk oluşturduğu tespit edilmiştir. Özellikle organik maddece fakir ortamlarda, bakterilerin mikroplastiklere tutunarak daha uzun süre hayatta kalabildiği gözlemlenmiştir. Bu bulgular, mikro-nanoplastik kirliliğinin kontrolü ve su kalitesinin iyileştirilmesi için yeni stratejiler geliştirilmesine katkı sağlayacaktır. Özellikle, dNF teknolojisinin endüstriyel ölçekte uygulanabilirliğinin araştırılması ve mikroplastik-bakteri etkileşimlerinin daha detaylı incelenmesi, gelecek çalışmalar için önerilmektedir.

Haziran 2025, 194 sayfa.

Anahtar kelimeler: Mikroplastik, Nanoplastik, Atıksu, dNF, Mikroplastik-Bağli Bakteri

SUMMARY

Ph.D. THESIS

THE INVESTIGATION OF REMOVAL OF MICRO/NANO PLASTICS AND ASSOCIATED BACTERIA USING MEMBRANE TECHNIQUES IN WASTEWATERS

Nilay BARLAS TURAN

Istanbul University

Institute of Graduate Studies in Sciences

Department of Marine and Freshwater Resources Management

Supervisor : Prof. Dr. Gülşen ALTUĞ

Micro- and nanoplastic pollution is emerging as a growing global threat to aquatic ecosystems and environmental water quality. Conventional wastewater treatment plants are generally ineffective at retaining particles smaller than 20 µm, posing risks to both ecosystems and human health. In this study, the multilayer direct nanofiltration membrane (dNF40) technology developed by NX Filtration was tested in a laboratory-scale dNF system to evaluate the removal efficiency of microplastics smaller than 20 µm, nanoplastics smaller than 1 µm, and bacteria associated with microplastics. The investigation will also compare the temporal changes in free-living and microplastic-attached bacterial growth, as well as the contribution of organic matter to this process.

The study utilised synthetic domestic wastewater (ReactorX), which was prepared by the addition of polystyrene micro- and nanoplastics (100 nm, 0.055 µm, 1 µm, 10 µm, and 200 µm) that were commercially obtained from Sigma Aldrich. These were then inoculated with an *Escherichia coli* culture at a concentration of 10^8 CFU/100 mL, in accordance with the McFarland standard. Furthermore, composite samples were collected over a 24-hour period from conventional real domestic wastewater treatment plant effluent and advanced treatment plant effluent equipped with membrane bioreactor (MBR) technology. All samples were

aerated in glass bottles for 24 hours. Bacteriological analyses were conducted using culture-based methods on samples collected before and after dNF 40. To analyse bacterial association with microplastics, samples were filtered through 0.45 μm filters, and bacterial cells were fixed. Conductivity was enhanced by coating with gold/palladium (Au/Pd) using a Leica EM ACE600 device, followed by examination with a Hitachi Regulus 8230 field-emission scanning electron microscope (FE-SEM, 0.9 nm resolution at 1 kV). During the study, measurements of organic matter concentration (COD), pH, temperature, dissolved oxygen concentration and salinity, conductivity were recorded.

The Fenton method ($\text{FeSO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$) was used for the removal of organic matter, with two different protocols (heated and unheated) being tested. Density separation was not performed in order to avoid the loss of high-density microplastics.

Before and after the laboratory-scale multilayer direct nanofiltration treatment pilot system (dNF40), Reactor-X synthetic and real domestic wastewater discharge samples were filtered using various membrane filters with pore sizes of 1.6 μm , 1 μm , 0.7 μm , 0.45 μm , and 0.2 μm . Bacteriological analyses were then used to quantify bacterial association with microplastics. Following a series of filtration trials, a 0.2 μm pore-sized regenerated cellulose (RC) membrane filter (Isolab, diameter 47 mm) was identified as capable of operating without clogging. Suspicious micro- and nanoplastics on the membrane filter surface were characterised for size and chemical composition using a HORIBA LabRAM Soleil Raman Microspectroscopy device. The removal efficiency of microplastics smaller than mainly 10 μm and nanoplastics smaller than 1 μm was investigated before and after the dNF40 pilot system. Microplastics were classified as follows: <1 μm , 1-5 μm , 5-10 μm , and >10 μm . Raman spectra were recorded from the central points of the images, and Raman images were captured. The chemical structures of the micro- and nanoplastics were identified using KnowItAll and ID Finder libraries, and graphs were generated with HQI percentages to investigate the effect of multilayer direct nanofiltration on micro- and nanoplastic removal.

Additionally, it was determined in this study that the use of 0.2 μm pore size nylon membrane filters (Millipore, GNWP 04700, diameter 47 mm, filtration area $\sim 1735 \text{ mm}^2$) in the micro-Raman device led to the misidentification of particles detected on the filter as high-quality index (HQI) PA by the library (%).

A comparison of the applied Fenton methods indicated that although the water quality results obtained for the heated (Protocol 1) and unheated (Protocol 2) protocols were similar, micro-Raman analysis revealed a higher micro- and nanoplastic density in the unheated protocol (Protocol 2) compared to the heated protocol (Protocol 1).

The multilayer direct nanofiltration (dNF) laboratory pilot system demonstrated a removal efficiency of over 99 % for micro- and nanoplastics in ReactorX synthetic wastewater and conventional real wastewater treatment plant effluent and advanced treatment plant effluent equipped with MBR technology.

The lowest counts of free bacteria and microplastic-associated bacteria were detected in the effluent of the advanced municipal wastewater treatment plant employing MBR technology. In the wastewater treated by the dNF system, the removal efficiencies of free and microplastic-associated bacteria were measured as 99.954% and 99.971 % for *E. coli*, and 99.962 % and 99.972 % for HAB, respectively. Despite the higher bacterial growth observed in conventional domestic wastewater and ReactorX synthetic wastewater prior to dNF treatment, comparable

high removal rates were attained for all wastewater types following dNF treatment. This outcome demonstrates the feasibility of high-efficiency treatment with dNF even in the absence of MBR technology.

Synthetic wastewater setups are used to monitor time-dependent microplastic-bacteria interactions. Microplastics provide additional surface area for bacterial attachment, increasing adhesion rates. Bacteria attach more to microplastics in environments with low organic matter.

Micro-Raman analyses revealed the presence of multiple polymer types in domestic wastewater. Based on FE-SEM images taken at 30x, 400x, 500x, 1000x, 5000x, 10,000x, and 50,000x magnifications, bacterial attachment to the surface of microplastics was confirmed prior to the multilayer nanofiltration laboratory pilot. At the end of the laboratory-scale dNF40 treatment process, no large particulate matter or bacteria were observed in the samples.

In this study, the direct nanofiltration laboratory scale system (dNF) and the dNF40 membrane were applied for the first time for the removal of micro- and nanoplastics. Multilayer dNF40 is an innovative technology distinct from classical spiral-wound NF membranes. Previously tested only for micropollutant removal, it had not been used for microplastic removal. Our study aims to contribute to the sustainable use of natural areas by removing micro-nanoplastics and microplastic-associated bacteria.

Our thesis study demonstrates that dNF40 membrane achieves high efficiency in removing micro- and nanoplastics and microplastic-associated bacteria from domestic wastewater treatment plant effluents. This technology has the potential to serve as an alternative to advanced treatment methods like MBR. Additionally, microplastics were found to provide a surface for bacterial attachment, increasing pathogen distribution and posing risks to ecosystems and public health. The study revealed that, particularly in environments with low organic content, bacteria were able to survive for longer periods by attaching to microplastics. These findings will contribute to the development of new strategies for controlling micro- and nanoplastic pollution and improving water quality. Future studies are recommended to investigate the industrial-scale applicability of dNF technology and to conduct more detailed analyses of microplastic-bacteria interactions.

June 2025, 194. pages.

Keywords: Microplastic, Nanoplastic, Wastewater, dNF, Microplastic- associated bacteria

1. GİRİŞ

Mikro ve nanoplastik kirliliği, son yıllarda çevresel açıdan görünmez bir tehdit olarak öne çıkmıştır. Bu çok küçük plastik parçacıklar, özellikle su ekosistemlerinde birikerek hem su kalitesini bozmakta hem de sucul canlılar ve insan sağlığı için risk oluşturmaktadır (Andrady, 2011; Browne ve diğ., 2011). Mikroplastikler, 5 mm'den küçük boyutlara sahipken, nanoplastikler 1 µm'den daha küçük boyutlardadır (Andrady, 2011; Cole ve diğ., 2011; Ladewig ve diğ., 2015; Gigault ve diğ., 2018). Bu parçacıklar, endüstriyel atıklar, kozmetik ürünler, tekstil lifleri ve büyük plastik malzemelerin parçalanması gibi çeşitli kaynaklardan su ortamlarına karışmaktadır (Browne ve diğ., 2011)

Geleneksel atıksu arıtma tesisleri (AAT), plastik parçacıklarının bir kısmını uzaklaştırabilse de özellikle 20 µm'den küçük mikroplastiklerin ve nanoplastiklerin tamamen giderilememesi, bu parçacıkların doğal su kaynaklarına ulaşmasına neden olmaktadır (Carr ve diğ., 2016; Murphy ve diğ., 2016; Leslie ve diğ., 2017; Gatidou ve diğ., 2019). Bu durum, alıcı ortamlarda birikim ve besin zincirine girme riskini artırırken, mikroplastiklerin yüzeylerine tutunan patojen bakteriler de halk sağlığı açısından ek bir tehdit oluşturmaktadır (Keswani ve diğ., 2016). Bununla birlikte, evsel atıksu arıtma tesisi deşarj sularında 20 µm'den büyük mikroplastiklerin varlığı daha önceki akademik çalışmalarda detaylı şekilde incelenmiş olmasına rağmen, daha küçük boyutlu mikroplastiklerin ve nanoplastiklerin analizine yönelik çalışmalar sınırlı kalmıştır (Talvitie ve diğ., 2017). Bu eksiklik, mikro/nanoplastiklerin etkin bir şekilde giderimi için ileri arıtma teknolojilerinin geliştirilmesini zorunlu kılmaktadır.

Çalışmamızda, OECD standartlarına uygun olarak hazırlanan sentetik atıksu ve gerçek konvansiyonel evsel AAT deşarj atıksu ve MBR teknolojisi bulunan ileri evsel AAT deşarj atıksu numuneleri kullanılarak, çok katmanlı direkt nanofiltrasyon membran (dNF40) teknolojisinin mikro ve nanoplastiklerin yanı sıra, mikroplastiklere tutunan bakterilerin giderim performansı laboratuvar ölçeğinde araştırılmıştır. Bu teknoloji, klasik nanofiltrasyon (NF) sistemlerine kıyasla daha yüksek giderim verimi ve daha düşük enerji tüketimi sunmaktadır (NX Filtration, 2021). Çalışmamızın devamında, suda serbest yaşayan toplam bakteri ve bakterilerin mikroplastiklere tutunarak zamana bağlı gelişimi/değişimi kontrol numunesini ile karşılaştırılarak sentetik atıksu düzeneklerinde incelenmiştir. Ayrıca, organik madde varlığının bakterilerin mikroplastiklere tutunma eğilimine olan etkisi, farklı organik madde konsantrasyonlarına sahip sentetik atıksu ortamlarında incelenerek, bu sürecin su

kalitesi üzerindeki etkileri değerlendirilmiş; mikroplastiklerin boyut ve kimyasal karakterizasyonu için taramalı elektron mikroskobu (FE-SEM) ve mikro-Raman spektroskopisi gibi ileri analiz yöntemleri kullanılmıştır.

Çalışma kapsamında karşılaşılan metodolojik bir zorluk, naylon membran filtrelerin kullanımı sırasında ortaya çıkmıştır. Mikro-Raman analizleri, naylon filtrelerdeki partiküllerin büyük ölçüde poliamid 6 (Naylon 6) (PA HQI>% 80) olarak tanımlandığını ve bu durumun geçersiz pozitif sonuçlara yol açtığını göstermiştir. Bu sorun, hedef mikro ve nanoplastiklerden biri olan poliamid 6'nın filtre materyalinin kendisinden kaynaklanması nedeniyle, rejenere selüloz (RC) membranların kullanımıyla çözülmüştür. RC filtrelerle tekrarlanan analizlerde, poliamid 6 (PA) tespiti gerçekleşmemiş ve hem konvansiyonel hem de ileri MBR teknolojisine sahip evsel atıksu arıtma tesislerinin deşarj sularında çoklu polimer tipleri doğrulandığı için metodolojik güvenilirlik sağlanmıştır.

Mikro ve nanoplastik kirliliği, küresel bir çevre sorunu haline gelmiştir ve bu sorunun çözümüne yönelik etkili giderim teknolojilerin geliştirilmesi büyük önem taşımaktadır (Rochman ve diğ., 2019). Bu çalışma, çok katmanlı direkt nanofiltrasyon membran (dNF40) teknolojisinin mikro ve nanoplastik giderimindeki etkinliğini ilk kez laboratuvar ölçeğinde test ederek, bu alanda önemli bir boşluğu doldurmayı hedeflemektedir. Ayrıca, mikroplastiklere tutunan bakterilerin giderimine yönelik bulgular, su kalitesi ve halk sağlığı açısından önemli katkılar sağlayabilir. Bu çalışma, atıksu arıtma tesislerinde mikro ve nanoplastik giderimine yönelik yeni stratejilerin geliştirilmesine rehberlik edebilir ve sürdürülebilir su yönetimi uygulamalarına katkıda bulunabilir.

Bu çalışma, mikro ve nanoplastiklerin su ekosistemlerindeki birikimini ve bu plastiklere tutunan patojen bakterilerin oluşturduğu çevresel ve halk sağlığı risklerini azaltmak amacıyla, çok katmanlı direkt nanofiltrasyon teknolojisinin giderim performansını laboratuvar ölçeğinde sistematik olarak değerlendirmiştir. Sentetik atıksu ve gerçek evsel atıksu örnekleri kullanılarak yapılan analizlerde, dNF40 membranı hem mikro (20 µm'den küçük boyutlar dahil) ve nanoplastikleri, hem de mikroplastiklere bağlı bakterileri (*E. coli* ve HAB) yüksek verimle uzaklaştırılmasında etkili olduğu gösterilmiştir. Çalışma süresince, mikro ve nanoplastiklerin polimerik yapılarına ve boyut dağılımlarına yönelik detaylı analizler gerçekleştirilmiş; kullanılan filtre membranlarının analiz sonuçlarına etkisi metodolojik

açıdan ortaya konmuştur. Özellikle naylon filtrelerin geçersiz pozitif sonuçlara neden olduğu saptanmış, bu sorunun rejenere selüloz membranlar kullanılarak aşılabileceği gösterilmiştir. Ayrıca, ortamda bulunan organik maddenin, bakterilerin mikroplastiklere tutunma eğilimini artırdığı gözlemlenmiştir. Elde edilen bulgular, atıksu arıtımında mikro ve nanoplastiklerin ve mikroplastiklere tutunan bakterilerin etkin şekilde giderimi için yeni nesil membran teknolojilerinin potansiyelini ortaya koymakta; sürdürülebilir su yönetimi ve çevresel sağlık açısından literatüre özgün katkılar sunmaktadır.



2. GENEL KISIMLAR

2.1 MİKRO VE NANOPLASTİKLER

2.1.1 Mikro ve Nanoplastiklerin Tanımı

Hidrokarbon bazlı sentetik polimerler, petrol ve doğal gaz gibi fosil kaynakların endüstriyel işlenmesi sonucu sentezlenmekte olup bu malzemelere genel olarak "plastik" denilmektedir. Düşük maliyetli üretim süreçleri, kimyasal direnç, hidrofobik özellikler ve çok yönlü uygulanabilirlik gibi avantajlar nedeniyle plastikler, 20. yüzyıldan itibaren tıp, inşaat, tekstil, elektronik ve ambalaj sektörlerinde küresel ölçekte vazgeçilmez bir rol üstlenmiştir. Ancak, bu yaygın kullanımın ekolojik bedeli, lineer üretim-tüketim modeli ve sınırlı geri dönüşüm kapasitesiyle birleşerek kritik bir küresel soruna evrilmiştir. 1950'lerden 2015'e kadar dünya çapında yaklaşık 6,3 milyar ton plastik atığın üretildiği tahmin edilmektedir. Bu eğilim devam ederse, bu sayı 2050 yılına kadar 26 milyar tona çıkacaktır (Geyer ve diğ., 2017). Ancak, plastik atığın yalnızca yaklaşık dörtte biri uygun şekilde geri dönüştürülmüş ve yakılmıştır. Geri kalan dörtte üçü ise açık ocaklarda yakılmakta veya çevreye atılmakta ve bu da su, hava, toprakta plastik kirliliğine yol açmaktadır (Rhodes, 2018).

Plastiklerin biyolojik ve kimyasal bozunmaya direnç göstermesi, fotooksidasyon, hidroliz ve mekanik aşınma gibi süreçlerle parçalanarak mikro (≤ 5 mm) ve nano (≤ 1000 nm) boyutlu partiküllere dönüşmeleriyle ilişkilidir (Andrady, 2011). Bu partiküller, kökenlerine göre birincil ve ikincil olarak sınıflandırılır (Pellegrini ve diğ., 2023). Birincil mikropplastikler (MP) ve nanopplastikler (NP), endüstriyel proseslerde veya tüketici ürünlerinde kasıtlı olarak mikro/nano boyutta üretilir; örneğin MP'ler kozmetiklerdeki mikrobuncuklar ve diş macunlarında (Laskar ve Kumar, 2019), NP'ler ise ilaç kapsüllerindeki taşıyıcı matrisler ve tekstil üretiminde kullanılan nanopartiküllerde bulunur (Hernandez ve diğ., 2019). İkincil MP/NP'ler ise makro plastik atıkların (pet şişeler, poşetler vb.) UV ışınlamayı, mekanik aşınma veya mikrobiyal aktivite gibi çevresel faktörlerle parçalanması sonucu oluşur. Bu parçacıklar, toplam plastik kirliliğinin % 90'ından fazlasını oluşturur (Cole ve diğ., 2011; Sangkham ve diğ., 2022) ve özellikle ikincil NP'ler, makro plastiklerin uzun süreli bozunmasıyla ekosistemde birikerek insan sağlığı ve çevre için potansiyel risk oluşturur (Gigault ve diğ., 2018).

Çevresel numunelerde mikro ve nanoplastikler (MNP), lif, parça, film, mikrobuncuk, pelet ve köpük gibi çeşitli fiziksel formlarda tespit edilmektedir. Bu form çeşitliliği, kirlilik kaynaklarının belirlenmesi, partiküllerin ortamlardaki davranışlarının modellenmesi veya canlı organizmaların bu materyalleri tüketim dinamiklerinin araştırılması gibi çalışmalarda kritik veriler sunar (Lusher ve diğ., 2020).

2.1.2 Mikro ve Nanoplastiklerin Kaynakları ve Çevreye Yayılımı

Plastiklerin kontrolsüz üretimi ve atık yönetimindeki sistemsel eksiklikler, mikroplastiklerin (MP) ve nanoplastiklerin (NP) çevrede birikimini giderek artmasına yol açarak, küresel ölçekte kritik bir sorun haline getirmiştir. Bu partiküller, hidrofobik yapıları ve düşük biyodegradasyon potansiyelleri nedeniyle toprak, sediment ve su ekosistemlerinde uzun süreler kalabilmektedirler. Bu durum, ekolojik risk profillerini artırmaktadır. Küçük boyutlarının 0,1 µm–5 mm aralığında değişmesi, atmosferik akımlar, hidrolojik süreçler ve biyotik taşınım (ör. kuşlar, balıklar) uzun mesafelere mobilizasyonlarını kolaylaştırmaktadır (Onyedibe ve diğ., 2023). Denizel ortamlardaki MP'lerin ve NP'lerin % 80'inin karasal kökenli olduğu ve nehirler, kıyısız aktiviteler ile atmosferik depozisyon yoluyla taşındığı bilinmektedir. Bununla birlikte, MP'lerin ve NP'lerin denizler ve okyanuslar gibi daha büyük su kütlelerine başlıca ulaşma yolları nehirler ve insan faaliyetleridir. Ayrıca, rüzgâr, fırtınalar ve kasırgalar gibi doğal olaylar MP'lerin ve NP'lerin hareketliliğine katkıda bulunur. Partikül boyutu, yoğunluk ve yüzey biyofouling derecesi, su kolonundaki vertikal dağılımı belirlerken; okyanus akıntıları, gelgitler ve rüzgarlar yatay taşınımı kontrol etmektedir. (Onyedibe ve diğ., 2023). Özellikle düşük yoğunluklu plastikler (LDPE, 0.91-0.94 g/cm³; PP, 0.89-0.92 g/cm³), yüzey tabakada konsantre olarak pelajik organizmalar için kronik maruziyet riski oluşturmaktadır (Panno ve diğ., 2019).

Karasal ekosistemlerde MNP'lerin taşınma mekanizmaları, insan faaliyetleri, hayvan hareketleri, su akış dinamikleri ve toprak gözenekliliğinin etkileşimiyle şekillenen karmaşık bir süreçtir (Panno ve diğ., 2019). Tarımsal faaliyetlerde kullanılan membranlar, çamur uygulamaları ve sulama sistemleri, plastik atıkların toprak yüzeyinde birikmesine katkıda bulunurken; çiftçilik, hasat ve benzeri uygulamalar sırasında oluşan lokal bozulmalar, bu partiküllerin yayılımını veya toprak altına doğru göç etmesini tetikleyebilir. Yağış veya sulama sonucu toprak içindeki dikey su hareketi, MNP'lerin boşluklara taşınmasına ve yeraltı sularına ulaşma riskinin artmasına neden olabilir (Keller, 2020). Ayrıca, endüstriyel

aşındırıcılar, kişisel bakım ürünleri, atık su deşarjı ve yetersiz atık yönetimi gibi kaynaklardan gelen mikro ve nanoplastikler, sızıntı veya infiltrasyon yoluyla yeraltı suyu sistemlerine karışarak içme suyu kaynaklarında potansiyel tehdit oluşturabilmektedir (Gündoğdu ve diğ., 2023).

Atmosferdeki MNP'lerin varlığı, askıda partiküller, iç-dış mekân tozu ve atmosferik çökeltme olarak üç temel kategori altında incelenmektedir (Huang ve diğ., 2020). Açık alanlarda ince partiküllerin taşınımı, rüzgâr hızı, yönü, yağış, nem ve kar gibi meteorolojik faktörlerle doğrudan ilişkilidir (Allen ve diğ., 2019). Kapalı ortamlarda ise partikül hareketi, insan aktiviteleri, iklimlendirme sistemleri, nem seviyeleri ve termal konveksiyon gibi parametreler tarafından yönetilir (Zhang ve diğ., 2020). Özellikle pencere havalandırmasıyla oluşan hava akımlarının, iç ve dış mekân kökenli MP'lerin karışımına yol açtığı gözlemlenmiştir. Dris ve diğ. (2017), iç mekânlardaki MP konsantrasyonlarının ($1-59 \text{ MP/m}^3$) dış ortamlara ($0,3-1,5 \text{ MP/m}^3$) kıyasla belirgin şekilde yüksek olduğunu belirlemiş; bu durumu, partiküllerin kapalı alanlarda birikmesi ve sınırlı taşınım imkânıyla ilişkilendirmiştir. Çalışmada ayrıca, lifsiz MP'lerin insan kaynaklı faaliyetlerle doğrudan bağlantılı olduğu, askıda partikül halindeki MP'lerin ise rüzgar ve yağış gibi meteorolojik olaylarla uzun mesafelere taşınabileceği vurgulanmıştır (Dris ve diğ., 2017).

2.1.3 Mikro ve Nanoplastiklerin Sucul Ekosistemlerde Ekotoksikolojik Etkileri

MNP'lerin tatlı su sistemlerindeki konsantrasyonları $0,12$ ila 387 parça/m^3 aralığında ölçülmüş olup (Triebskorn ve diğ., 2019), bu partiküllerin fitoplankton, omurgasızlar, yumuşakçalar ve balık popülasyonları üzerinde gözlemlenen toksik etkiler, sucul ekosistemlerdeki ekolojik dengeyi tehdit edebilecek boyuttadır. Araştırmalar, MNP'lerin çevresel davranışlarının yanı sıra insan sağlığı üzerindeki potansiyel risklerini de detaylandırmaktadır. Sutton ve diğ. (2016), atık su arıtma tesislerinden kaynaklanan MNP'ler ile makro plastiklerin parçalanması sonucu oluşan sekonder partiküllerin, su kaynaklarındaki kirliliğin ana kaynakları arasında olduğunu göstermektedir.

MNP'lerin kimyasal yapısı, hidrofobik karakterleri nedeniyle polibromlu difenil eterler (PBDE'ler), poliklorlu bifeniller (PCB'ler) ve polisiklik aromatik hidrokarbonlar (PAH'lar) gibi persistan organik kirleticileri yüksek verimlilikle adsorbe etmelerine olanak tanır (Avio ve diğ., 2015). Bu özellik, MNP'leri besin zincirinde toksik bileşiklerin birikimini

kolaylaştıran kritik bir vektör haline getirmekte ve hem karasal hem de sucul organizmalar üzerinde toksisiteye yol açabilmektedir (Oliveira ve diğ., 2013).

MNP'lerin kimyasal davranışları, hidrofobisite, düşük polarite ve pH'a bağlı yüzey yükü değişimleri gibi faktörlerle şekillenir. Polietilen kökenli MNP'ler, PCB'ler ve PAH'lar gibi kirleticileri 24.000 ng/g'a kadar adsorbe edebilirken, alkali pH (>7) koşullarında negatif yüzey yükü kazanarak ağır metallerle (Cr, Cd, As) kompleks oluşturma eğilimi gösterir. Polistiren (PS) ve polipropilen (PP) gibi polimerlerden türeyen MNP'ler ise monomer salınımı yoluyla sucul organizmalar için akut toksisite riski oluşturmaktadır. MNP'lerin sucul canlılar üzerindeki etkileri, fizyolojik bozukluklardan ekolojik dengenin bozulmasına kadar geniş bir yelpazede incelenmiştir. Balıkların gastrointestinal sisteminde biriken MNP'ler, büyüme hızını yavaşlatmakta ve metabolik aktiviteleri baskılamaktadır. Ayrıca, bu partiküllerin bağışıklık sisteminde inflamasyon, üreme organlarında disfonksiyon ve sinir sistemi üzerinde nörotoksik etkiler rapor edilmiştir. MP'lerle ilişkili kirleticilerin (ağır metaller, PBDE'ler) biyobirikimi, özellikle zooplankton ve balık gibi trofik seviyelerdeki organizmalar için kronik risk oluşturmaktadır. Cong ve Hen (2021), bu etkileşimlerin uzun vadede populasyon dinamiklerini ve tür çeşitliliğini tehdit edebileceğini deneysel verilerle desteklemiştir.

Bununla birlikte, biyofilm kaplı mikroplastiklerin ağır metaller (Pb, Cu) ve PAH'lar için adsorpsiyon kapasitesinin arttığı, bunun ekstrasellüler polimerik maddeler (EPS)'deki fonksiyonel gruplar (karboksil, hidroksil) ile ilişkili olduğu vurgulanmış (Guan ve diğ., 2020; Liu ve diğ., 2021).

MNP'ler biyolojik etkileri, zararlı patojenlerin taşınması ve biyofilm oluşumu yoluyla ekosistem dinamiklerini derinden etkileyebilmektedir (Li ve diğ., 2020). Çiftçi Türetken ve diğ. (2020), özellikle polipropilen (PP) yüzeylerinin, polietilen (PE) ve polivinilklorür (PVC) gibi diğer plastik türlerine kıyasla bakteri kolonizasyonu için daha uygun bir ortam sağladığını ve PP plastiğinin yüksek bakteri tutma kapasitesinin, dirençli suşların sucul ortamlarda yayılımını hızlandırabileceğini belirtmiştir.

Marmara Denizi'nde yapılan çalışmalar, bakteriyel antibiyotik dirençliliğinin bölgesel ölçekte kritik bir sorun haline geldiğini ortaya koymaktadır (Kimiran ve diğ., 2007; Altuğ ve diğ. 2020; Doğan, 2023). Örneğin, *Escherichia coli*, *Enterobacter spp.*, *Klebsiella oxytoca* ve *Pseudomonas aeruginosa* gibi Gram negatif patojen türlerinin antibiyotik direnç profilleri

incelendiğinde, ampisiline karşı direnç oranının % 83,1 ile en yüksek seviyede olduğu tespit edilmiştir (Sivri, 2017). Benzer şekilde Zorbozan ve Kimiran (2022), Türkiye'nin farklı su kaynaklarındaki *Enterobacteriaceae* izolatlarında ampisilin direncinin % 92.5'e ulaştığını ve plazmid aracılı *bla_{TEM}*, *bla_{SHV}* gibi genlerin direnç yayılımında kilit rol oynadığını raporlamıştır. Bu dirençli suşların MNP'ler üzerinde taşınma potansiyeli hem denizel ekosistemlerdeki canlılar hem de insan sağlığı açısından çift yönlü bir tehdit oluşturmaktadır. Benzer şekilde, Kaçar ve Koçyiğit (2013), endüstriyel baskı altındaki sahil sedimanlarında izole edilen bakterilerin hem ağır metallere hem de yaygın antibiyotiklere karşı yüksek düzeyde direnç gösterdiğini ortaya koymuş; bu durumun, mikroplastikler üzerindeki biyofilm tabakalarında ağır metal ve antibiyotik direnç genlerinin birlikte taşınarak çevreye yayılma potansiyelini artırabileceğini göstermiştir.

Biyofilm kaplı mikroplastiklerin bentik bölgelere çökmesi, patojenlerin sedimentlerde uzun süreli varlığına ve besin zincirine entegrasyonuna yol açmaktadır (Li ve diğ., 2020). Çiftçi Türetken ve diğ. (2020), mikroplastikler üzerindeki bakteri seviyelerinin plastik boyutuyla doğrudan ilişkili olduğunu belirlemiş; özellikle mikropellet boyutundaki plastiklerin daha yüksek bakteri yüküne sahip olduğunu vurgulamıştır. Bu durum, Marmara Denizi'nde balıkçılık faaliyetleri ve su ürünleri tüketimi yoluyla insan sağlığı üzerinde ek riskler doğurabilmektedir.

Mikroplastiklerin patojen taşıma kapasitesi hem ekosistem hem de halk sağlığı açısından çok boyutlu bir tehdit oluşturmaktadır. Özellikle PP gibi yüksek bakteri tutulum özelliğine sahip plastiklerin kullanımının sınırlandırılması ve atık yönetimi politikalarının gözden geçirilmesi gerekmektedir. Marmara Denizi özelinde, mikroplastik kaynaklı patojen yayılımının izlenmesi ve antibiyotik direnç profillerinin güncel verilerle desteklenmesi kritik öneme sahiptir.

MNP yüzeyleri, patojenik mikroorganizmaların kolonizasyonu için ideal bir ortam sağlayarak bu türlerin farklı çevrelere yayılmasına ve insan popülasyonları dahil yeni bölgelerde sağlık risklerinin artmasına neden olmaktadır (Li ve diğ., 2020). İnsanlar, kontamine gıda ve suyun uzun süreli tüketimi yoluyla mikroplastiklere doğrudan maruz kalmakta ve bu durum sağlık riskleri oluşturabilmektedir (Rochman ve diğ., 2019). 150 µm'den büyük mikroplastik partiküllerinin çoğunlukla emilmeden vücuttan atıldığı bilinmekle birlikte, daha küçük boyutlu partiküllerin dolaşım sistemine girerek dokularda birikme potansiyeli bulunmaktadır.

(Li ve diğ., 2018). Kronik maruziyetin üreme sistemi bozuklukları, gastrointestinal rahatsızlıklar ve partiküllerin yüzeyine tutunan toksik katkı maddeleriyle ilişkili diğer sağlık sorunlarına yol açtığı gösterilmiştir (Rochman ve diğ., 2019).

2.2 ATIKSU ARITMA TESİSLERİNDE MİKRO VE NANOPLASTİKLER

2.2.1 Atıksu Arıtma Tesislerinde Mikro ve Nanoplastiklerin Davranışı

Son yıllarda, atık su arıtma tesislerinde (AAT) yüksek miktarlarda tespit edilen mikropplastiklerin varlığı, bilimsel araştırmalarda öne çıkan bir konu haline gelmiştir (Carr ve diğ., 2016; Gouveia ve diğ., 2018). Küresel ölçekte 25 AAT üzerinde yapılan bir çalışmada, giriş sularındaki mikropplastik konsantrasyonlarının 1 ila 10.044 parçacık/L aralığında değiştiği rapor edilmiştir (Sun ve diğ., 2019). Hidayaturrahman ve Lee (2019) ise birincil arıtma (ön arıtma) aşamasında bu partiküllerin yoğunluğunu 1.568–12.580 parçacık/L olarak ölçmüştür. Yapılan analizlerde, en yaygın polimer türleri arasında polyester (PES) ve polietilen (PE) öne çıkmakta olup, bu malzemeler sırasıyla tespit edilen mikropplastiklerin % 28–89'unu ve % 4–51'ini oluşturmaktadır. Bununla birlikte, polivinil klorür (PVC) gibi yüksek toksisite potansiyeline sahip polimerlerin çevresel riskleri dikkat çekmektedir.

Araştırmalar, mikropplastiklerin sucul bakteriler üzerinde toksik etkilere yol açabildiğini ortaya koymaktadır. Örneğin, denizel azot döngüsünde kilit rol oynayan *Halomonas alkaliphila* türünün canlılığı, mikropplastik maruziyeti sonrasında % 16 oranında azalma göstermiştir (Sun ve diğ., 2018). PVC kaynaklı mikropplastiklerin ve bu partiküllerden sızan kimyasalların mikroorganizmalar üzerinde inhibitör etkiler oluşturduğu da belgelenmiştir (Zhang ve diğ., 2017). Mikropplastiklerin AAT'lerdeki dolaşım sürecinde arıtma bakterileri ile etkileşime girmesi, mikrobiyal aktiviteyi baskılayarak arıtma verimliliğini düşürebilmektedir. Ancak, nitrifikasyon bakterileri, denitrifikasyon bakterileri ve polifosfat depolayan organizmalar gibi spesifik arıtma bakterileri üzerindeki etkileri halen tam olarak aydınlatılamamıştır.

2.2.2 Mikro ve Nanoplastiklerin Arıtma Süreçlerinde Akıbeti

Sentetik polimer bazlı tekstil ürünlerinin çamaşır makinelerinde yıkanması, evsel atık sulara mikro ve nanoplastik (MNP) karışımına önemli bir katkı sağlamaktadır. Mevcut konvansiyonel AAT'ler, optimal işletme koşullarında dahi mikropplastikleri ancak % 95 verimle giderebilmekte; ileri arıtma teknolojileri ile bu oran en fazla % 99'a ulaşabilmektedir.

Membran biyoreaktör (MBR) teknolojisi uygulanan tesislerde ise mikroplastik (MP) giderim verimi % 99,9 seviyesine çıkmakta ve bu değer, güncel literatürdeki en yüksek performans olarak kabul edilmektedir (Edo ve diğ., 2020). Ancak, deşarj edilen yüksek hacimli sular nedeniyle giderilemeyen MNP'lerin yüzeysel su kaynaklarına ulaşması, ekolojik riskleri artırmaktadır.

Bununla birlikte, Imhof ve diğ. (2016) tarafından vurgulandığı üzere, tanımlanabilir mikroplastik boyutlarının küçülmesiyle birlikte, bu partiküllere yönelik bilimsel çalışmaların sayısında belirgin bir azalma gözlemlenmektedir (Noren, 2007; Imhof ve diğ., 2013; Van Cauwenberghe ve diğ., 2013; Nor ve Obbard, 2014; Enders ve diğ., 2015). Bu eğilim günümüzde de devam etmekte olup, mevcut literatürde, atık su arıtma süreçlerinde tespit edilen mikroplastiklerin boyut dağılımına ilişkin çalışmaların büyük kısmı 20 µm ve üzeri partiküllere odaklanmaktadır (Michielssen ve diğ., 2016; Mintenig ve diğ., 2017; Talvitie ve diğ., 2017). Ancak, 20 µm'den küçük mikroplastiklerin çevresel etkileri ve giderim verimliliği konusunda sınırlı sayıda araştırma bulunmaktadır (Habib ve diğ., 2021). Özellikle 20 µm altı mikroplastiklerin analizi, örnekleme ve analitik yöntemlerdeki teknik zorluklar nedeniyle literatürde nadiren ele alınmıştır. Bu sebeple, literatürde bahsi geçen, atıksu gideriminde kullanılan teknolojilerin (örn. MBR) mikroplastik giderimi için verilen oranların > 20 µm ve üzeri partiküller için geçerli olduğu anlaşılmaktadır.

Bu bağlamda, içme ve kullanım suyu arıtma sistemlerinde mikroplastik kontaminasyonu üzerine yapılan çalışmalarda ise daha küçük boyutlu partiküllerin (<20 µm) potansiyel risklerini vurgulamaktadır. Örneğin, Schymanski ve diğ. (2018), musluk suyu örneklerinde 5–20 µm aralığında mikroplastik lifler tespit etmiş; Oßmann ve diğ. (2018) ise şişelenmiş sulara 1–50 µm boyutunda parçacıkların varlığını belgelemiştir. Benzer şekilde, Imhof ve diğ. (2016), nehir sedimentlerinde 10 µm altı nanoplastiklerin birikimini inceleyerek bu partiküllerin ekotoksikolojik etkilerine dikkat çekmiştir.

Mevcut çalışmaların odak noktası, büyük ölçüde makro ve mikro boyutlu plastiklerle sınırlı kalmıştır. Nano ölçekteki plastiklerin (<100 nm) taşınım mekanizmaları, biyolojik etkileşimleri ve uzun vadeli ekosistem etkileri hakkında sistematik veri eksikliği bulunmaktadır. Bu durum, özellikle atık su arıtma tesislerinin çıkış sularındaki nanoplastik konsantrasyonlarının izlenmesi ve standart analiz protokollerinin geliştirilmesi gerekliliğini ortaya koymaktadır.

Günümüze kadar, atık su arıtma tesislerinde MNP giderimi için sıyırma, ince ızgaralar, kum tutucu, sedimentasyon ve üçüncül filtrasyon gibi geleneksel yöntemler dışında özelleşmiş bir teknoloji geliştirilmemiştir. Hala günümüzde evsel ve endüstriyel atıksu arıtma tesislerinin tasarım aşamasında MNP giderimi dikkate alınıp, bunun için ayrıca bir modelleme yapılmamaktadır. Bununla birlikte, son yıllarda yapılan çalışmalarda; nanoporöz malzemeler, elektrokoagülasyon ve ileri oksidasyon prosesleri gibi yenilikçi yöntemlerin MNP giderim potansiyeli araştırılmıştır (Tofa ve diğ., 2019; Skaf ve diğ., 2020; Tong ve diğ., 2020). Bu bağlamda, MNP'lerin etkin eliminasyonu için yeni teknolojilere duyulan ihtiyaç giderek artmaktadır.

Atık su arıtma tesislerindeki MNP giderim oranları; partikül boyutu, yüzey kimyası, arıtma teknolojisi tipi ve işletme parametrelerine (pH, sıcaklık, hidrolik bekletme süresi) bağlı olarak değişkenlik göstermektedir (Rout ve diğ., 2021). Birincil arıtma aşamalarında (ızgaralar, kum tutucu, ön çöktürme), MNP'lerin büyük kısmı yüzey süpürme veya katı partiküllere adsorpsiyon yoluyla uzaklaştırılmaktadır. İkincil ve üçüncül arıtma süreçlerinde ise biyolojik arıtma (aktif çamur sistemleri) ve membran filtrasyon gibi yöntemler devreye girmektedir.

Yapılan saha çalışmaları, arıtılmış sularda baskın olarak $<10 \mu\text{m}$ boyutunda MNP'lerin bulunduğunu, $50\text{--}100 \mu\text{m}$ aralığındaki partiküllerin ise minimal seviyede kaldığını ortaya koymuştur (Mohana ve diğ., 2021). Bu bulgular, özellikle $<5 \mu\text{m}$ boyutundaki mikro ve nanoplastiklerin giderim verimliliğinin artırılması gerektiğine işaret etmektedir. Söz konusu boyut aralığındaki lif ve parçacık formundaki MNP'leri hedef alan yeni teknolojilerin geliştirilmesi, araştırmacılar tarafından acil bir ihtiyaç olarak vurgulanmaktadır.

2.2.3 Mikro ve Nanoplastiklerin Analiz Yöntemleri

2.2.3.1 Atık Suda Örnek Alma ve Hazırlama

MNP tayinlerinin doğru yapılabilmesi ve yorumlanabilmesi için toplanan numunelerin bütün sistemi yansıtmaması gerekir, bunun için atıksu arıtma tesislerinden, kompozit (Talvitie ve diğ. 2017; Alavian Petroody ve diğ. 2021; Ruffell ve diğ. 2021) veya anlık (Tagg ve diğ. 2015; Ziajahromi ve diğ. 2021) şekilde örnekler toplanmaktadır. Kompozit numune toplama için 24 saat içinde, çoğu zaman 1- 3 saat aralıklarla aynı hacimde numuneler toplanmaktadır. Bu şekilde, gün içinde meydana gelebilecek mikro-nanoplastik konsantrasyonları daha net bir şekilde değerlendirilebilmektedir. (Bakaraki Turan ve diğ. 2021). Anlık numune ise, tek bir

numune olup, günlük/ saatlik konsantrasyon deęişiklerinin sıklıkla yaşandığı atıksu arıtma tesislerinde analitik deęerlendirmeler için gerçekçi sonuçlar vermemektedir (Alavian Petroody ve dię., 2021).

Atık suyun organik madde içerięi, arıtma sürecinde önemli ölçüde azalır. Bu durum, deşarj atıksu örnekleri için yüksek hacimlerde atık suyun örneklenmesine ve filtrelenmesine olanak tanır. Analitik çalışmalarda ön arıtma süreci doęru şekilde yürütülürse, membran filtrasyon aşamasında filtre tıkanması nadiren görülür. Bu nedenle, özellikle toplam partikül miktarının %5'inden azını oluşturan büyük mikropplastiklerin ($\geq 300 \mu\text{m}$) tespiti için daha yüksek örnek hacimleri toplanmalıdır (Gatidou ve dię., 2019). Örneęin, Talvitie ve dię., (2017), büyük mikropplastikler için 10,5-13,5 litre örnek hacmi kullanırken, toplam mikropplastik konsantrasyonunun yaklaşık % 70'ini oluşturan küçük mikropplastikler (20-100 μm) için yalnızca 2 litre örnek hacmi kullanmıştır. Mintenig ve dię., (2019), Johnson ve dię., (2020), Kirstein ve dię., (2021) tarafından yapılan çalışmalar ile Türkiye Cumhuriyeti Tarım ve Orman Bakanlığı'nın (2023) raporu, partikül boyutu ve dağılımının örnek hacmini belirlemede kritik olduğunu göstermektedir. Partikül boyutu küçüldükçe, örnek içindeki dağılımı artar. Bu nedenle, küçük boyutlu partiküllerin tespiti için küçük örnek hacimleri yeterlidir.

2.2.3.2 Atık Sularda İzolasyon Yöntemleri

Mikro ve nanoplastik (MNP) örneklerinin çeşitlilięi, araştırmacılar için büyük bir zorluk oluşturmaktadır. Kimyasal bileşiklerin aksine, MNP'ler çözünmez ve bu durum yüksek heterojenliğe neden olur. Bu karmaşıklık, analiz için en uygun örnek boyutunu belirlemeyi zorlaştırır. Ayrıca, literatürde, MNP'ler için örnek toplama, analiz ve işleme protokollerindeki standart eksikliği, evrensel kabul görmüş bir protokol olmaması, mevcut araştırma bulgularının karşılaştırılmasını zorlaştırmaktadır (Gatidou ve dię., 2019).

Bu süreçteki temel zorluk, özellikle atık sularda yüksek miktarda bulunan organik bileşenlerin MNP yüzeylerine adsorbe olması, bu durumun partiküllerin görsel tanımlanmasını ve spektroskopik karakterizasyonunu engellemesidir (Okoffo ve dię., 2019). Çalışmalarda kullanılan su ve atıksu numunelerinde bulunabilecek ve benzeri şekil ve yapılarından dolayı özellikle mikro ve nanoplastikler gibi davranabilecek, bunun sonucunda da analiz sonuçlarının yanlış olmasına sebep olabilecek, kısacası girişim yapabilecek unsurların ön işlemlerle bertaraf edilmeleri analiz sonuçlarının gerçeki yansıması açısından büyük önem

taşımaktadır. Bu anlamda en başta gelenler organik maddelerdir. Çünkü ham su numunelerindeki organik maddelerin en baştan uzaklaştırılmaları gerekmektedir.

Günümüze kadar bu amaçla gerçekleştirilen literatürlerdeki çalışmalar incelendiğinde, atıksulardaki organik maddelerin giderilmesi için kimyasal oksidasyon ve/veya enzimatik yöntemlerin uygulandığı görülmektedir (Löder, 2017; Munno ve diğ., 2017). Enzim prosesleri ile organik maddelerin elimine edilmesinde çoğunlukla amilaz, proteaz, lipaz ve selüloz enzimleri kullanılmaktadır. Bununla birlikte, her bir enzimatik adım (protein, lipid, selüloz giderimi) genellikle 48-72 saat gerektirirken (Löder ve 2017), birden fazla enzim kullanımı (amilaz, proteaz, lipaz, selüloz) toplam süreyi 1-2 haftaya çıkarabilir (Primpke ve diğ., 2020). Enzimatik giderim proseslerine göre, kimyasal giderim (oksidasyon) yöntemleri literatürlerde daha çok yer almaktadır. Kimyasal oksidasyon proseslerinde genellikle Ulusal Okyanus ve Atmosfer İdaresi (NOAA) Deniz Kirliliği Programı tarafından mikroplastiklerin su, sediman ve su ürünlerinden ayırma metodu olarak açıklanan fenton oksidasyonunda % 30 hidrojen peroksit (H_2O_2) ve Fe(II) ile ısıtma işlemleri yapılmaktadır. Bu yöntem birçok farklı yayında modifiye edilerek uygulandığı tespit edilmiştir (Masura ve diğ., 2015). Bunun dışında, yaygın olmasa da bazı çalışmalarda organik madde eliminasyonu için potasyum hidroksit (KOH)'in tek başına veya potasyum hidroksit (KOH) ve H_2O_2 ile birlikte de uygulandığı görülmüştür (Munno ve diğ., 2017).

Söz konusu uygulanan tüm yöntemlerin ortak amacı, mikro ve nanoplastikler gibi davranabilecek ve tespitini zorlaştırabilecek organik maddelerin giderimini sağlayarak mikroplastiklerin belirlenmesini kolaylaştırmak, bunu yaparken da mikro ve nanoplastiklerin yapısında herhangi bir bozunmaya yol açmamaktır.

Enzimatik giderim yöntemlerinin henüz kızılötesi spektrumlar üzerindeki etkileri tam olarak araştırılmamıştır (Masura ve diğ., 2015). Potasyum hidroksit (KOH) ile gerçekleştirilen alkali oksidasyon çalışmalarında da organik maddeler ile giderim elde edilse de yüksek pH seviyelerine hassas olan naylon ve polyester gibi polimerlerin zarar görebildiği kaydedilmiştir (Kwon ve diğ., 2020). Fenton reaktifleri ile (H_2O_2 ve $FeSO_4 \cdot 7H_2O$) organik maddelerin eliminasyonu ise yüksek verimlilik ile sağlanırken, numune içindeki mikroplastiklerin yapısı üzerinde ihmal edilebilir derecede etkisi olduğu görülmüştür (Munno ve diğ., 2017; Lares ve diğ., 2018; Kwon ve diğ. 2020).

Bununla birlikte, Fenton oksidasyonu için mikroplastik arařtırmalarına yönelik, literatürde yapılan birçok çalışmada reaksiyon hızını yükseltmek için yüksek sıcaklıklarda ($> 75^{\circ}\text{C}$) yoğunlukla 30 dakika boyunca ısıtma tercih edilmiştir (Masura ve diğ., 2015; Anderson ve diğ., 2017). Munno ve diğ. (2018), gerçekleřtirdikleri çalışmada 60°C üzeri sıcaklıklardaki oksidasyon yöntemlerinde mikroplastik kayıplarının yaşandığını ortaya koymuş, 60°C üzeri sıcaklıklara çıkılmaması tavsiye edilmiştir. Ayrıca, Kwon ve diğ. (2020) çalışmalarında poliakrilat (PA) and polivinil klorür (PVC) ve polisteren (PS) gibi mikroplastiklerin, yüksek sıcaklarda eriyebildiğı ve kaybedilebildiğı belirtmiştir.

Yapılan çalışmalar incelendiğinde, organik materyalin uzaklařtırılması amacıyla kimyasal parçalama (hidrojen peroksit, hipoklorit) gibi yöntemlerin sıklıkla tercih edildiğı gözlemlenmektedir. Ancak bu tekniklerin her biri, partikül boyut dağılımı veya polimer stabilitesi üzerinde farklı etkilere sahip olduğundan, metodolojik standartlaşma ihtiyacı devam etmektedir.

İzolasyon yöntemleri arasında, literatürde karşılaşılan bazı çalışmalarda, mikroplastik tespitleri, yoğunluk farklarına dayalı olarak yapılan ayırma yöntemleri ile gerçekleştirilmiştir (Munno ve diğ., 2017; Gündoğdu ve diğ., 2018). Mikroplastik analizlerinde yoğunluk ayırımı yöntemi, numunelerin yüksek yoğunluklu çözeltilerle (sodyum klorür (NaCl) (Thompson ve diğ., 2004; Hildago-Ruz ve diğ., 2012), sodyum iyodür (NaI) (Nuelle ve diğ., 2014) ve sodyum politungstat (PST) (Ballent ve diğ., 2015) karıştırılması temeline dayanır. Bu yöntemde, çözeltiden daha yüksek yoğunluğa sahip partiküller çökerken, mikro-nanoplastikler gibi düşük yoğunluklu materyaller yüzeyde kalır.

Bununla birlikte, son yıllarda yapılan birkaç çalışmada, atıksu gibi yüksek organik madde içeriğine sahip numunelerde, doğal partiküllerin mikro-nanoplastiklerle benzer yoğunluk değerleri göstermesi nedeniyle yoğunluk ayırım yönteminin etkinliğinin sınırlı olduğunu ortaya koymuştur (Dyachenko ve diğ., 2017). Ayrıca, sodyum klorür (NaCl) gibi bazı çözeltilerin yüksek yoğunluklu polimerler için yetersiz kaldığı (Claessens ve diğ., 2013), bunun yanı sıra deniz ortamı ve atıksularda mikro-nanoplastiklerin yüzeyinde biriken organik/inorganik materyallerin partikül yoğunluğunu artırarak çökelmeye neden olabileceğı belirtilmektedir (Munno ve diğ., 2017).

Organik madde giderimi işlemleri ardından, son adımda numuneler membran filtrasyon metodu ile filtrelenerek spektroskopik inceleme için hazırlanmaktadır. Filtre seçiminde hem gözenek boyutu hem de filtre materyalinin türü dikkate alınarak yapılan doğru tercihler, araştırma sonuçlarının güvenilirliği açısından büyük önem taşımaktadır (Dehaut ve diğ., 2019; Toussaint ve diğ., 2019; Cai ve diğ., 2020). Evrensel standart protokollerin eksikliği metodolojik tutarsızlıklara yol açmaktadır (Cai ve diğ., 2020). Literatürde naylon, nitroselüloz, cam elyafı ve polikarbonat gibi çeşitli filtre materyalleri kullanılsa da (Long ve diğ., 2019; Hu ve diğ., 2018), naylon membran filtrelerin yaygınlığı dikkat çekmektedir (Su ve diğ., 2019; Cai ve diğ., 2020; Baylan ve diğ., 2024).

Bununla birlikte, filtrenin yapısal özellikleri ile gözenek çapı, mikroplastik (MP) miktarlarının belirlenmesini doğrudan etkileyen kritik faktörlerdir. Uygun olmayan filtrelerin kullanımı, mikro ve nanoplastiklerin (MNP) olduğundan daha az sayıda tespit edilmesine neden olarak sonuçların hatalı yorumlanmasına yol açabilir (Cai ve diğ., 2020). Nitekim, filtre gözenek boyutu küçüldükçe tespit edilen plastik parçacık sayısında artış gözlenmektedir (Toussaint ve diğ., 2019; Akhbarizadeh ve diğ., 2020; Cai ve diğ., 2020;).

Pivokonsky ve diğ. (2020) ve Lares ve diğ. (2018) atıksu çalışmalarında, örnek kalitesinin bozulmaması ve tıkanıklık yaşanmaması adına ön filtrasyon adımlarının önerildiği görülmektedir. Mikroplastik tayini çalışmalarında, numunelerdeki küçük boyutlu ($< 20 \mu\text{m}$) mikroplastikleri toplamak için genellikle $0,2 \mu\text{m}$ membran filtreler kullanılmıştır. Bu filtreler, özellikle $1\text{--}5 \mu\text{m}$ boyutundaki en küçük mikroplastik parçacıkları dahi tutabilmek için tercih edilmektedir. Örneğin, Mintenig ve diğ. (2020) nehir suyu örneklerini önce $20 \mu\text{m}$ elekten geçirip ardından $0,2 \mu\text{m}$ gözenekli filtreler kullanmışlardır. Benzer şekilde Pivokonsky ve diğ. (2018) içme suyu arıtma tesislerinden aldıkları 1 L örnekleri önce $5 \mu\text{m}$, ardından $0,2 \mu\text{m}$ PTFE membran filtrelerden geçirerek tüm mikropartikülleri toplamıştır.

MNP analizlerinde en kritik husus, saha ve laboratuvar kaynaklı kontaminasyonun önlenmesidir. Laboratuvar bulaşmasının kontrolü, çalışmaların güvenilirliği için esastır. Dış kaynaklı plastik partiküllerin numuneye karışmasını engellemek amacıyla; sentetik lif içermeyen pamuk/selüloz giysiler (tekstil kontaminasyonunu azaltır), numune işlemlerinin laminar akış kabinlerinde yapılması (hava kaynaklı bulaşı minimize eder) ve yüzey/cam malzemelerin yüksek saflıkta etanolla düzenli sterilizasyonu gibi stratejiler uygulanır.

Literatür, bu önlemlerin yanlış pozitifleri önemli ölçüde düşürdüğünü ve metodolojik standartlaşmaya katkı sağladığını vurgular (Murphy ve diğ., 2016; Mahon ve diğ., 2017; Mintenig ve diğ., 2017).

2.2.3.3 Tespit ve Tanımlama

Mikroplastiklerin analizi temelde hem yapıları üzerinden hem de kimyasal karakterizasyonu olmak üzere iki temel yaklaşım üzerinden gerçekleştirilir (Hamidian ve diğ., 2021). Yapısal analizlerde, partiküllerin boyut, renk ve morfolojik özellikleri optik veya elektron mikroskopları ile incelenir. Örneğin, stereo mikroskoplar, yüksek çözünürlükleri sayesinde bu alanda sıklıkla tercih edilir (Priyanka ve Udayashankara, 2018). Bu yöntem, plastikleri organik kalıntılar veya inorganik partiküllerden görsel olarak ayırmak için temel bir adım olarak kabul edilse de insan gözüne dayalı subjektif değerlendirmeler nedeniyle hata marjı yüksektir (Bakaraki Turan ve diğ., 2021).

Optik tanımlamalardaki hataları azaltmak için araştırmacılar belirli kriterler geliştirmiştir. Plastik partiküllerin; i) Hücresel veya biyolojik yapılar içermemesi, ii) Lif formundaysa tüm uzunluğunda homojen kalınlığa sahip olması, iii) Renk dağılımının tutarlılık göstermesi gerekmektedir (Hidalgo-Ruz ve diğ., 2012). Bu kurallara rağmen, organik materyallerle plastiklerin morfolojik benzerliği, hata oranlarını % 20-70 aralığına çıkarabilmektedir (Shim ve diğ., 2017; Bretas Alvim ve diğ., 2020). Örneğin, atık su örneklerinde görülen liflerin yalnızca yarısının sentetik kökenli olduğu rapor edilmiştir (Mintenig ve diğ., 2017). Bu nedenle, optik analizler genellikle ön eleme aşaması olarak kabul edilir ve kesin sonuçlar için ek tekniklerle desteklenmesi önerilir (Tagg ve diğ., 2015).

Şüpheli partiküllerin kesin tanımlanabilmesi, spektroskopik veya termal analizlerle sağlanır. Spektroskopik yöntemler arasında FTIR ve Raman spektroskopisi öne çıkmaktadır. FTIR, polimerlerin kimyasal bağlarını analiz ederek plastikleri benzersiz spektrumlarla tanımlar (Shim ve diğ., 2017). Özellikle 20 µm'den büyük partiküller için etkili olan bu yöntem, hızlı ve tahribatsız bir yaklaşım sunar (Silva ve diğ., 2018). Termal teknikler (Py-GC-MS, TGA-DSC) ise numuneleri ısısal bozunuma uğratarak polimer kompozisyonunu belirler, bununla birlikte mikroplastiklerin analizinde yaygın kullanılmaktadır (Majewsky ve diğ., 2016; Dümichen ve diğ., 2017).

Mikroplastik (MP) ve nanoplastik (NP) analizinde kullanılan yöntemleri fiziksel karakterizasyon ve kimyasal karakterizasyon başlıkları altında gruplandırarak, her bir yöntemin avantajları, dezavantajları, uygun boyut aralıkları ve literatür kaynaklarıyla birlikte Tablo 2.1 ve Tablo 2.2’de sunulmuştur. Bu bilgiler, çevresel örneklerde MP ve NP’lerin tespiti ve karakterizasyonu için yaygın olarak kullanılan teknikleri özetlemektedir.

Tablo 2.1 Mikro-Nanoplastiklerin Fiziksel Karakterizasyon Yöntemleri

Fiziksel Karakterizasyon Yöntemleri				
Yöntem	Bilgi /Avantajlar	Dezavantajlar	Uygun Boyut Aralığı	Kaynak
Optik Mikroskopi	Düşük maliyetlidir Görsel morfoloji sağlar Örnek hazırlığı basittir Numuneye zarar vermez	Zaman alıcıdır Operatöre bağlı değişkenlik gösterebilir Kimyasal elementel bilgi vermez	~1 µm – 1 mm	Hidalgo-Ruz ve diğ., 2012
SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu)	Yüksek çözünürlüklü görüntüleme sağlar Genel amaçlı yüzey analizi için yeterli. Diğer entegre SEM türlerine göre daha düşük maliyetlidir. Çözünürlük ~1–10 nm Numuneye zarar vermez	Numune iletken olmalıdır Yoğun altın/platin kaplama gerekir. Yüksek vakum gereklidir. Kimyasal elementel bilgi vermez Biyolojik örnekler için fiksasyon gerekli	10 nm – 1 mm	Goldstein ve diğ., 2017 Käppler ve diğ., 2018, Reimer, L., 1998
FE- SEM (Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu)	Yüksek çözünürlüklü görüntüleme sağlar İletken olmayan numunelerde daha az kaplama Nanopartiküller ve atomik detaylar için ideal. Yüzey morfolojisi ve partikül boyutu analizi yapılır Çözünürlük ~0.5–1 nm Numuneye zarar vermez	Kaplama ve iletken yüzey gereklidir Yüksek maliyet/ bakımı zordur. Yüksek vakum gereklidir. Kimyasal elementel bilgi vermez Biyolojik örnekler için fiksasyon gerekli	~0.5 nm – 1 mm	Goldstein ve diğ., 2017 Käppler ve diğ., 2018, Reimer, L., 1998
SEM-EDS (Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi ile SEM)	Elementel bileşim analizi yapılabilir Yüzey morfolojisi analizi yapılır Çözünürlük ~1–10 nm Numuneye zarar vermez	Yüksek maliyet/ bakımı zordur. Kaplama ve iletken yüzey gereklidir Yüksek vakum gereklidir Organik polimerlerin tanımlanmasında sınırlıdır.	1 µm – 1 mm	Imhof ve diğ., 2016; Ter Halle ve diğ., 2017
ESEM-EDS (Çevresel SEM ile EDS)	Nemli/yalıtkan örnek analizi mümkün Kaplama gerektirmez Daha az ön numune hazırlığı Elementel bileşim analizi yapılabilir Numuneye zarar vermez	Yüksek maliyet/ bakımı zordur. Düşük vakum altında çalıştığı için görüntü çözünürlüğü az da olsa düşebilir (~20 nm) Kimyasal polimer tanımlaması sınırlıdır.	1 µm – 1 mm	Araujo ve diğ., 2018; Käppler ve diğ., 2018,

Tablo 2.2 Mikro-Nanoplastiklerin Kimyasal Karakterizasyon Yöntemleri

Kimyasal Karakterizasyon Yöntemleri				
Yöntem	Avantajlar	Dezavantajlar	Uygun Boyut Aralığı	Kaynak
Mikro-FTIR Spektroskopisi	Kimyasal bileşimi belirler Numuneye zarar vermez Boyut bilgisi verir.	Pahalı ekipman gerektirir Eğitimli personel ihtiyacı Zaman alıcı Çok küçük partiküller analiz edilemez	Genellikle $\geq 20 \mu\text{m}$, (bazı cihazlarda $\geq 5 \mu\text{m}$)	Käppler ve diğ., 2016 Löder ve Gerdt, 2015
FTIR Spektroskopisi	Kimyasal bileşimi belirler Numuneye zarar vermez Boyut bilgisi verir	Pahalı ekipman gerektirir Eğitimli personel ihtiyacı Zaman alıcı Küçük partiküller analiz edilemez	Genellikle $\geq 50 \mu\text{m}$	Käppler ve diğ., 2016
Mikro-Raman Spektroskopisi	Kimyasal haritalama sağlar Mikro ve nanoplastiklerin bireysel karakterizasyonu, biyofilm incelemeleri için uygundur. Boyut bilgisi verir. Numuneye zarar vermez	Floresans girişimi Yüksek gürültü oranı Pahalı ekipman gerektirir Eğitimli personel ihtiyacı Zaman alıcı	$< 10 \mu\text{m}$ (lazer noktasal odaklaması ile $\sim 1 \mu\text{m}$ veya altı)	Käppler ve diğ., 2016
Raman Spektroskopisi	Kimyasal haritalama sağlar Boyut bilgisi verir Numuneye zarar vermez	Floresans girişimi olabilir Pahalı ekipman gerektirir Eğitimli personel ihtiyacı Düşük çözünürlük Küçük partiküller analiz edilemez Zaman alıcı	Genellikle $\geq 10 \mu\text{m}$	Araujo ve diğ., 2018
Piroliz-GC/MS (Pyr-GC/MS)	Katı, çözünmez karışık matrislerin polimer türünü tanımlar Küçük örneklerle çalışabilir Yüksek çözünürlük-kimyasal tanımlama mevcut	Numune zarar görür. Tekrar edilebilir değildir Pahalıdır. Boyut bilgisi vermez. Kantitatif analiz sınırlı.	Kütlesel analiz	Fischer ve Scholz-Böttcher, 2017; Munno ve diğ., 2020
Termal Ekstraksiyon-GC/MS (TED-GC/MS)	Polimerleri kütle bazlı tanımlar Orta-yüksek çözünürlükte kimyasal tanımlama mevcut Kantitatif analiz mümkün.	Numune zarar görür. Tekrar edilebilir değildir Pahalıdır. Boyut bilgisi vermez	Kütlesel analiz	Dümichen ve diğ., 2015; Käppler ve diğ., 2018
TGA-DSC (Termogravimetrik Analiz - Diferansiyel Taramalı Kalorimetri)	Termal davranışa dayalı polimer ayrımı yapılır.	Kimyasal bileşim bilgisi sınırlı Numune zarar görür. Tekrar edilebilir değildir Pahalıdır. Boyut bilgisi vermez.	Kütlesel analiz	Munno ve diğ., 2020; Käppler ve diğ., 2016

Literatürdeki farklı içme suyu ve evsel atıksu arıtma tesislerinde yapılan çalışmalarda, kullanılan membran filtre türleri, gözenek boyutları, analiz yöntemleri ve tespit edilen mikroplastik polimer türleri önemli farklılıklar göstermektedir. Bu çalışmaların sonuçları, mikroplastik konsantrasyonlarının ham ve arıtılmış sularda geniş bir aralıkta değiştiğini ortaya koymaktadır. Ayrıca, analizlerde FTIR, mikro-Raman, SEM gibi yöntemlerin farklı kombinasyonlarla kullanıldığı, filtreleme aşamasında ise PTFE, naylon, selüloz asetat ve alüminyum oksit gibi çeşitli filtre materyallerinin tercih edildiği görülmektedir. Çeşitli örnek türlerine göre mikroplastik düzeyi ve kullanılan analiz yöntemlerine ilişkin karşılaştırmalı özet Tablo 2.3 ve Tablo 2.4 (devam)’da sunulmuştur.

Tablo 2.3 Literatürde Uygulanan Örnek MP/NP Analiz Yöntemleri ve Tespit Edilen Polimer Türleri

Örnek Türü	MP'lerin Minimum Parçacık Boyutu (µm)	Kullanılan Filtre Malzemesi	Membran Gözenek Boyutu (µm)	Polimer Tipi	Aritma Öncesi	Aritma Çıkış	Diğer Örnekler	Analitik Yöntemi	Kaynak
					adet MP/ L				
Evsel Atık Su Arıtma Tesisi (1)	> 1	Politetrafloroetil en (PTFE)	5- 0,2	PET, PP, PE, PAM, PS, PBA, PVC	1473 ± 34	443 ± 10	-	FTIR, µ-Raman, SEM-EDX	Pivokonsky ve diğ., 2018
Evsel Atık Su Arıtma Tesisi (2)	> 1	Politetrafloroetil en (PTFE)	5- 0,2	PET, PP, PE, PAM, PS, PBA, PVC	1812 ± 35	338 ± 76	-	FTIR, µ-Raman, SEM-EDX	
Evsel Atık Su Arıtma Tesisi (3)	> 1	Politetrafloroetil en (PTFE)	5- 0,2	PET, PP, PE, PAM, PS, PBA, PVC	3605 ± 497	628 ± 28	-	FTIR, µ-Raman, SEM-EDX	
Evsel Atık Su Arıtma Tesisi	0,25 µm - 5 mm	Cam Elyaf Filtreler	0,7 µm	PES, PE, PA, PP	57,6 ±12,4	1,0 ±0,4	-	µ- FTIR, µ-Raman	Lares ve diğ., 2018
İçme Suyu Arıtma Tesisi (1)	> 1	Selüloz Asetat	0,45	PE, PP, PVC, PET, PA	1579–5283	637,5–2274	-	µ-FTIR, Stereo Mikroskop	Erdem ve diğ., 2023
İçme Suyu Arıtma Tesisi (1)	> 1	Selüloz Asetat	0,45	PE, PP, PVC, PET, PA	786.5–3388	397,5–2226	-	FTIR, Stereo Mikroskop	
Evsel Atık Su Arıtma Tesisi	> 20	Alüminyum Oksit Filtreler (Anodisc)	0,2	PEST, PVC, PA, PE, Epoksi Reçine	7 x 10 ⁻⁴	<1 x 10 ⁻³	-	µ-FTIR	Mintenig ve diğ., 2019
İçme Suyu Arıtma Tesisi	> 1	Politetrafloroetil en (PTFE) -Alüminyum Oksit Filtreler (Anodisc)	0,22-0.2	PE, PP, PA, PS	2173- 3998	338- 400	-	µ-FTIR, Raman	Shen ve diğ., 2021
Evsel Atık Su Arıtma Tesisi	> 1	PTFE membran filtreler -Alüminyum Oksit Filtreler (Anodisc)	0,22- 0,2	PET, PE, PP, PAM	6614 ± 1132	930 ± 72	-	µ-Raman	Wang ve diğ., 2020
Evsel Atık Su Arıtma Tesisi (1)	≥ 1	PTFE membran filtreler - Alüminyum Oksit Filtreler (Anodisc)	0,2	PET, PVC, PE, PP	23 ± 2	14 ± 1	-	µ-Raman, SEM,	Pivokonsky ve diğ., 2020

Tablo 2.4 (devam) Literatürde Uygulanan Örnek MP/NP Analiz Yöntemleri ve Tespit Edilen Polimer Türleri

Örnek Türü	MP'lerin Minimum Parçacık Boyutu (µm)	Kullanılan Filtre Malzemesi	Membran Gözenek Boyutu (µm)	Polimer Tipi	Aritma Öncesi	Aritma Çıkış	Diger Örnekler	Analitik Yöntemi	Kaynak
adet MP/ L									
Evsel Atık Su Arıtma Tesisleri (2)	≥ 1	PTFE membran filtreler -Alüminyum Oksit Filtreler (Anodisc)	0,2	PET, PVC, PE, PP	1296± 35	151 ± 4	-	µ-Raman, SEM,	Pivokonsky ve diğ., 2020
Çöp Sızıntı Suyu Arıtma Tesisleri	> 70	Naylon membran filtreler (Millipore, NY2004700)	20	PE, PP, PS, PEUR	-	-	20-91	µ-FTIR	Su ve diğ., 2019
İçme Suyu Şişeleri	> 1	Alüminyum Kaplamalı Polikarbonat (PC)	0,4	PET, PP, PE	-	-	Tek kullanımlık PET: 2649 ± 2857 Geri dönüştürülmüş PET: 4889 ± 5432 Cam Şişe: 3074 ± 2531	µ-Raman	Oßmann ve diğ., 2018
Evsel Atık Su Arıtma Tesisleri	> 1	-	-	PE, PP, PET, PA, Akriklik,PS, PVC	1- 3160,0	0,0007-125,0	-	FT-IR, Raman	Gatidou ve diğ., 2019

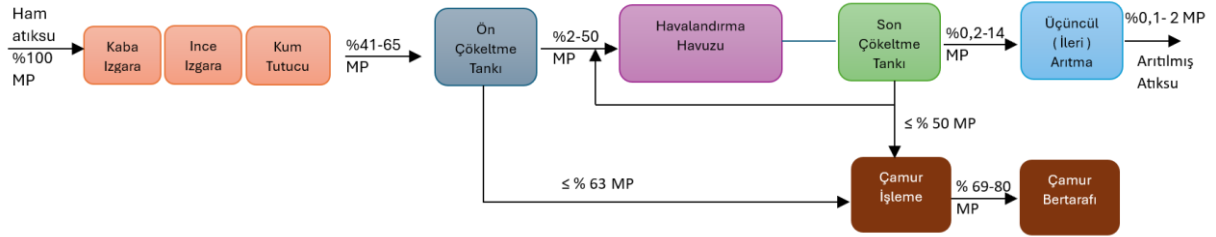
2.2.4 Atıksu Arıtma Tesislerinde Kullanılan Teknolojiler ve Mikro-Nanoplastik Giderimi Üzerindeki Etkileri

Şehirselsel atık su arıtma tesisleri, temel olarak fiziksel, biyolojik ve ileri arıtma basamaklarından oluşur (Sol ve diğ., 2021). Fiziksel arıtma aşamasında (kaba/ince ızgaralar, kum tutucular, ön çökeltim), suda bulunan iri katılar ve çökebielen maddeler uzaklaştırılır (Bakaraki Turan ve diğ., 2021). Bu süreçte mikropplastiklerin önemli bir kısmının tutulduğu literatürde sıklıkla vurgulanmaktadır. Örneğin, ham atık suda tespit edilen mikropplastiklerin yaklaşık % 69-79'unun ızgara ve kum tutucularda elimine edildiği gözlemlenmiştir (Ziajahromi ve diğ., 2021). Benzer şekilde, kum tutucu ve ön çökeltim ünitelerinde % 56,8-64,4 verimle mikropplastiklerin ayrıştırıldığı bildirilmiştir (Hidayaturrahman ve Lee, 2019b). Bu üniteler, mikropplastik giderimi için özel olarak tasarlanmasa da fiziksel filtrasyon mekanizmaları sayesinde etkili sonuçlar sunar.

Fiziksel arıtmadan sonra, organik kirleticilerin giderimi için aerobik biyolojik reaktörler devreye girer (Bakaraki Turan ve diğ., 2021). Bu aşamada mikropplastik giderim oranı % 7-20 aralığında seyreder (Blair ve diğ., 2019). İskoçya'da bir tesisin toplam verimi % 98,4 olarak raporlanmış olup, kum tutucuda % 44,59, ön çökeltimde % 33,75 ve biyolojik arıtmada % 20,07

giderim sağlandığı belirtilmiştir. Bu bulgular, mikroplastiklerin büyük ölçüde fiziksel süreçlerde tutulduğunu ortaya koymaktadır (Koyuncuoğlu, 2021).

Suyun yeniden kullanımı veya yasal standartları karşılamak için UV dezenfeksiyon, ozonlama, membran biyoreaktör (MBR) gibi ileri teknolojiler kullanılır (Hamidian ve diğ., 2021). İleri arıtma sonrası, ham atık sudaki mikroplastiklerin % 0,2-2'sinin kaldığı gösterilmiştir (Sun ve diğ., 2019). İngiltere’de yapılan bir araştırmada, fiziksel, biyolojik ve ileri arıtma sonrası toplam verimler sırasıyla % 68, % 92 ve % 96 olarak ölçülmüştür (Blair ve diğ., 2019). Özellikle MBR sistemlerinin > 20 µm MP’ler için % 99’u aşan giderim verimiyle dikkat çekmektedir (Bayo ve diğ., 2016; Talvitie ve diğ., 2017). Şekil 2.3’te, atıksu arıtma tesislerinde bulunan MP’lerin ön, birincil, ikincil ve üçüncül arıtmalar dahil olmak üzere, mevcut literatürdeki değerleri esas alarak, farklı arıtma aşamalarındaki her bir üniteye giderim verimleri gösterilmektedir. MP’lerin giderim oranı, plastik parçacıkların fizikokimyasal özelliklerine, atıksu arıtma tesislerinde kullanılan arıtmalara ve arıtma sırasındaki çalışma koşullarına bağlı olarak değişir.



Şekil 2.1 Birincil, İkincil ve Üçüncül Arıtma Proseslerine Sahip Atıksu Arıtma Tesislerindeki Tahmini MP Akışı. Sun ve diğ. (2019)’dan Uyarlanmıştır (Koyuncuoğlu, 2021; Sun ve diğ., 2019).

Mevcut atıksu arıtma tesislerinde ileri atıksu arıtımı amacıyla kullanılan membran teknolojileri, mikro ve nanoplastiklerin (MNP) giderimine yönelik olarak geliştirilmemiştir; bu nedenle bu sistemlerin MNP tutma performansına dair çalışmalar henüz literatürde sınırlı ve genellikle teorik düzeydedir. Membran sistemleri; gözenek çapı, basınç gereksinimi, ön arıtma ihtiyacı ve geri yıkanabilirlikleri gibi parametreler açısından önemli farklılıklar göstermektedir.

Mikrofiltrasyon (MF) membranları, atıksu arıtımında genellikle 0,1–0,4 µm aralığında gözenek çapına sahiptir (Judd, 2006; Park ve diğ., 2020). Bu yapıları sayesinde 1 µm üzerindeki bazı mikroplastiklerin fiziksel olarak tutulması mümkün olmakla birlikte, <1 µm boyutundaki küçük mikroplastikler ve nanoplastiklerin gideriminde etkili değildir. Literatürde MF sistemlerinin

MNP tutma kapasitesine dair deneysel veriler oldukça sınırlıdır; mevcut değerlendirmeler çoğunlukla teorik gözenek boyutlarına dayanmaktadır (Acarer, 2023).

Ultrafiltrasyon (UF) membranlar ise 0,01–0,1 μm aralığında gözeneklere sahiptir ve 1–5 μm boyutundaki mikroplastiklerin % 80–97 oranında giderilebildiği çeşitli çalışmalarda gösterilmiştir (Tadsuwan ve Babel, 2022). Ancak UF sistemlerinin de nanoplastikler için doğrudan ve tutarlı bir giderim kapasitesi sunmadığı görülmektedir. Membran biyoreaktör (MBR) sistemleri, MF veya UF membranlarını biyolojik arıtımla bütünleşmiş şekilde kullandığından, mikroplastiklerin uzaklaştırılmasında oldukça etkilidir. Talvitie ve diğ. (2017) çalışmasında MBR sistemlerinin >20 μm boyutlu mikroplastiklerde % 99,9'a varan giderim sağladığı bildirilmiştir ve sistemin nanoplastik giderimine dair herhangi bir değerlendirme yapılmamıştır.

Klasik nanofiltrasyon (NF) sistemleri (~0,001–0,01 μm) teorik olarak daha küçük partikülleri hedefleyebilse de özellikle 0,5–5 μm aralığındaki mikroplastikler için deneysel veriler sınırlıdır (Eisentraut ve diğ., 2018; Lares ve diğ., 2018). Kara ve diğ. (2023) tarafından Türkiye'deki bir düzenli depolama sızıntı suyu arıtma tesisinde (LLTP) yürütülen bir çalışmada, UF ve ardından NF prosesleriyle sırasıyla % 96 ve % 99 oranında MP giderimi rapor edilmiştir. Bununla birlikte, Kara ve diğerleri (2023) tarafından NF membranlarıyla su/atıksudan MP giderimi üzerine daha fazla çalışmaya ihtiyaç olduğunu özellikle vurgulamaktadır. Spiral sarımlı NF membranının geri yıkanabilir olmaması ve yüksek ön arıtım gereksinimi nedeniyle evsel atıksularda doğrudan uygulanabilirliği hâlâ sınırlıdır (Acarer, 2023). Direkt nanofiltrasyon (dNF) sistemleri ise çok katmanlı, boşluklu elyaf yapıları sayesinde düşük basınçta (2-6 bar) çalışabilir ve sadece 100 μm 'luk bir ön filtreleme sonrası doğrudan evsel atıksuya uygulanabilir (Liden, 2016; Gevers, 2022). dNF membranlarının mikrokirleticilerin, bakterilerin ve organik maddelerin gideriminde etkin olduğu çeşitli çalışmalarda gösterilmiştir. Ancak dNF teknolojisiyle mikro- veya nanoplastik giderimi, daha önce deneysel olarak değerlendirilmemiş, bu alanda literatürde bir yayın da bulunamamaktadır.

Genellikle içme suyu, deniz suyu arıtımı ve endüstriyel su hazırlama aşamalarında su yumuşatma amacıyla kullanılan Ters Osmoz (RO) membranları ise gözeneksiz yapısı sayesinde teorik olarak mikro ve nanoplastiklerin tamamına yakını tutabilecek potansiyele sahiptir. Ancak yüksek basınç (15–80 bar), yüksek enerji tüketimi ve hassas ön arıtım ihtiyacı, işletimsel

zorluk (yüksek tıkanma riski) RO sistemlerinin uygulama alanlarını çoğunlukla çok kirli olmayan suların arıtımı ile sınırlandırmaktadır.

Sonuç olarak, ileri membran teknolojilerinin MNP giderimindeki başarısı kullanılan membran tipine, gözenek yapısına ve ön arıtım stratejilerine bağlıdır. Ancak literatürde özellikle mikro - nanoplastiklerin giderimi ile ilgili güvenilir ve deneysel temelli verilerin eksik olduğu görülmektedir. Bu durum, özellikle dNF gibi yeni nesil teknolojilerde MNP odaklı araştırmaların gerekliliğini ortaya koymaktadır.

Günümüzde atıksu arıtma tesislerinde ileri arıtım amacıyla uygulanan teknolojiler Tablo 2.4'te kıyaslanarak açıklanmıştır.

Tablo 2.5 Atıksu Arıtma Tesislerinde İleri Arıtım Amacıyla Uygulanan Teknolojilerin (MF (MBR), MBR(UF), NF, dNF, RO) Genel Özelliklerinin Kıyaslanması

MF (MBR)– UF (MBR) – NF – dNF – RO İleri Arıtım Sistemlerinin Karşılaştırmalı Özellikleri						
Özellik / Sistem	MF (Mikrofiltrasyon) MBR (Membran BioReaktör)	UF (Ultrafiltrasyon)	NF (Nanofiltrasyon)	dNF (Direkt Nanofiltrasyon)	RO (Ters Osmoz)	Kaynak
Gözenek Çapı	~ 0.1–0.4 µm	~0.01–0.1 µm	~0.001 - 0.01 µm	~0.001 - 0.01 µm (çok katmanlı yapılarla artırılmış seçicilik)	Gözeneksiz	Judd, 2006; Park ve diğ., 2020; Nguyen ve diğ., 2021
Basınç (tipik)	0.1–2 bar	0.2–0.5 bar	4–30 bar	2- 6 bar	15–80 bar	Tang ve diğ., 2007; Park ve diğ., 2020; Nguyen ve diğ., 2021
Mikro/Nanoplastik Giderimi	Mikro: sınırlı; Nano: yetersiz	Mikro: iyi; Nano: sınırlı	Mikro: iyi; Nano: orta	Mikro: mükemmel; Nano: yüksek (%99+)	Her ikisinde de %100'e yakın	Nguyen ve diğ., 2021; Ter Halle ve diğ., 2017
Bakteri Giderimi	~%80–90 (fiziksel tutma)	~%99 (biyolojik + fiziksel)	%90–99 (elektiriksel etkileşim + gözenek)	≥%99.9 (yüksek selektivite ve polielektrolit tabaka + çok katmanlı yapı)	%99.999+ (tam geçirimsizlik)	Judd, 2006; Park ve diğ., 2020; Nghiem ve diğ., 2005
Tuz / İyon Giderimi	Hayır	Hayır	Divalent iyonlar tutulur (örn. Mg ²⁺ , Ca ²⁺)	Sınırlı monovalent iyon geçişi mümkündür (yük dengesine bağlı)	Evet – Tüm iyonlar, tuzlar giderilir	Tang ve diğ., 2007; Nghiem ve diğ. 2005
Kullanım Amacı / Uygulama	Katı-sıvı ayrımı, kaba ön filtrasyon	Evsel atıksu arıtımı, tekrar kullanım, ileri biyolojik arıtım	Mikrokirletici giderimi, pestisit/ilâç temizliği	Gelişmiş arıtım, Mikrokirletici, mikro/nanoplastik ve patojen filtrasyonu	İçme suyu üretimi, saf su sistemleri, deniz suyu arıtımı	Judd, 2006; Nguyen ve diğ., 2021
Enerji Tüketimi	Düşük	Orta (hava difüzyonu ve filtrasyon)	Orta–yüksek (yüksek basınç)	Düşük–orta (ön işlem gerekmez, düşük basınçlı çalışabilir)	Yüksek – enerji maliyeti yüksek	Park ve diğ., 2020; Tang ve diğ., 2007

2.2.5 Mikro ve Nanoplastik Gideriminde Karşılaşılan Zorluklar ve Sınırlamalar

MNP'lerin ekosistemlerden etkin bir şekilde uzaklaştırılması, çok boyutlu ve karmaşık zorluklar barındırmaktadır. Öncelikle, plastik partiküllerin kaynaklarının belirlenmesindeki belirsizlik, bu partiküllerin büyük ölçekli plastiklerden dönüşüm oranlarının hesaplanmasını güçleştirmektedir (Boucher ve Friot, 2017). Mevcut arıtma yöntemleri ise tek başlarına sınırlı etkinliğe sahip olup, bu eksiklikleri telafi etmek için hibrit veya bütünleşmiş arıtma sistemlerinin geliştirilmesi kritik önem taşımaktadır. Ayrıca, MNP'lerin gideriminde umut vaat eden ileri teknolojilerin büyük bir kısmı henüz laboratuvar düzeyinde kalmaktadır; bu yöntemlerin endüstriyel ölçekte uygulanabilirliğinin ve verimliliğinin gerçek çevresel koşullarda test edilmesi gerekliliği vurgulanmaktadır (Rout ve diğ., 2022). Tüm bu teknik çözümlerin yanı sıra, plastik tüketimini sınırlandırmaya yönelik bölgesel, ulusal ve küresel düzeyde katı düzenlemelerin hayata geçirilmesi ve toplumsal farkındalık çalışmalarının desteklenmesi elzemdir. Nihai olarak, MNP kirliliğinin kontrol altına alınabilmesi için yasal bağlayıcılığı olan evrensel bir politika çerçevesinin acilen oluşturulması gerekmektedir.

Adsorpsiyon temelli yöntemler, mikro ve nanoplastiklerin (MNP'ler) atık sulardan uzaklaştırılmasında yaygın bir şekilde tercih edilen teknikler arasında yer almaktadır. Özellikle karbon nanotüpler, biyokömür tabanlı parçacıklar gibi adsorpsiyon malzemeleri, mikroplastiklerin tutulmasında etkin performans sergilemektedir. Ancak, bu malzemelerin plastikleri yakalama kapasitelerine rağmen, çevresel sisteme ikincil kirletici bulaşım riski taşımaları, arıtma süreçlerinde beklenmeyen çevresel etkiler yaratabilmektedir (Kegl ve diğ., 2020; Siipola ve diğ., 2020). Bu durum, adsorpsiyon teknolojilerinin sürdürülebilirliği ve ekolojik dengeyle uyumu açısından kritik bir sınırlama oluşturmaktadır.

Mikro ve nanoplastik (MNP) gideriminde fiziksel temelli yöntemlerden biri olan filtrasyon, kum filtrasyonu gibi çeşitli tekniklerle araştırma konusu olmuştur. Kum filtrasyonu, düşük maliyetli ve uygulanabilirliği yüksek bir yöntem olmasına rağmen, mikroplastikler üzerinde % 97'ye varan giderim verimliliği göstermesine karşın, nano boyuttaki parçacıkların tamamen uzaklaştırılmasında yetersiz kalabilmektedir (Hidayaturrahman ve diğ., 2019). Diğer bir filtrasyon teknolojisi olan membran biyoreaktörler (MBR'ler) ise mikroplastiklerin % 99,4'e kadar gideriminde başarılı sonuçlar sunmakla birlikte, membran yüzeylerinde mikroplastik birikimine bağlı tıkanma sorunu önemli bir kısıtlama oluşturmaktadır. Bu birikim,

membranların geri dönüşümsüz deformasyonuna yol açarak teknolojinin uzun vadeli performansını düşürebilmektedir (Lares ve diğ., 2018).

Flotasyon yöntemi ise plastik partikülleri yoğunluk farklılıklarına dayanarak ayırmayı hedefleyen bir diğer fiziksel arıtma tekniğidir. Ancak bu yöntem, adsorpsiyon ve filtrasyonun aksine MNP'ler özelinde sınırlı çalışılmış olup, verimliliği plastiğin kimyasal yapısı ve ortam parametrelerine (pH, sıcaklık vb.) bağlı olarak değişkenlik gösterebilmektedir.

Özetle, adsorpsiyon, filtrasyon ve flotasyon gibi fiziksel temelli teknikler, mikroplastik kirliliğin azaltılmasında potansiyel taşımakla birlikte, ölçeklenebilirlik, maliyet etkinlik ve ekolojik sürdürülebilirlik açısından önemli zorluklar barındırmaktadır. Bu yöntemlerin tek başına kullanımı, çevresel sistemlerde kalıcı çözümler sunmada yetersiz kalmakta; dolayısıyla kimyasal, biyolojik veya ileri oksidasyon gibi diğer arıtma stratejileriyle bütünleşmiş çözümler geliştirilmesi gerekliliği öne çıkmaktadır.

Fiziksel, kimyasal ve biyolojik arıtma yöntemlerinin bireysel veya bütünleşmiş şekilde atık su arıtma tesislerinde (AAT) uygulanması, mikroplastik (MP) giderimi açısından umut verici sonuçlar sunmaktadır. Ancak, bu alandaki araştırmalar henüz erken aşamada olup, MP analizi için standartlaştırılmış protokollerin eksikliği temel bir sorun olarak karşımıza çıkmaktadır. Mevcut çalışmaların sınırlı kapsamı nedeniyle, farklı MP türlerinin tanımlanması, karakterizasyonu ve ayrıştırılması arasında tutarlı karşılaştırmalar yapmak mümkün değildir. Bu durum, özellikle çamur ve atık su örneklerindeki MP konsantrasyonlarının doğru tahmini için numune toplama, ön işlem ve ekstraksiyon adımlarını detaylandıran evrensel metodolojilerin geliştirilmesini zorunlu kılmaktadır. Ayrıca, MP'lerin kimyasal bileşim, şekil ve boyut gibi parametrelerinin sistematik olarak sınıflandırılmasını sağlayacak standart analitik yaklaşımlara ihtiyaç duyulmaktadır. Bu tür standartların oluşturulmasıyla birlikte, AAT' lerdeki arıtma süreçleri öncesi ve sonrası alınan örnekler karşılaştırılarak, işlem parametreleri ile MP giderim verimliliği arasındaki ilişkiler netleştirilebilir. Elde edilecek veriler, fiziksel ve kimyasal arıtma tekniklerinin gerçek ölçekli AAT' lerdeki performansını değerlendirmek için kritik bir temel oluşturacaktır. Aynı zamanda, bu veriler yalnızca MP'lerin arıtma süreçlerindeki akıbetini açıklamakla kalmayıp, partiküllerin kimyasal yapısal değişimlerini de analiz etme olanağı sağlayacaktır (Kurt ve diğ., 2022). Sonuç olarak, standartlaştırılmış metodolojilerin geliştirilmesi, mevcut arıtma teknolojilerinin optimize edilmesi ve yeni nesil bütünleşmiş çözümlerin tasarlanması için belirleyici bir adım niteliğindedir.

3. MALZEME VE YÖNTEM

3.1 KULLANILAN ATIKSU NUMUNELERİ VE HAZIRLIK SÜREÇLERİ

Çalışmamızda kullanılan evsel sentetik atıksular, kontrollü koşullar altında sıcaklık, pH, çözünmüş oksijen, kimyasal oksijen ihtiyacı (KOI), tuzluluk ve iletkenlik parametreleri kontrol edilerek hazırlanmıştır. Bu hazırlık sürecinde, OECD (Organization for Economic Co-operation and Development) tarafından önerilen standartlara uygun kimyasallar, otoklavda sterilize edilmiş ultra saf su ile kullanılmıştır (Tablo 3.1). Ultra saf su Ökoteck A.Ş firmasından temin edilmiştir (Şekil 3.1).

Tablo 3.1 Sentetik atıksu hazırlamada kullanılan maddeler ve miktarları (OECD, 2001)

Bileşikler	Miktar
Pepton	160 mg/L
Et ekstraktı	110 mg/L
Üre [$\text{CO}(\text{NH}_2)_2$]	30 mg/L
Sodyum klorür (NaCl)	7 mg/L
Kalsiyum klorür ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	4 mg/L
Magnezyum sülfat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)	2 mg/L
Potasyum hidrojen fosfat (K_2HPO_4)	28 mg/L

Laboratuvar ölçekli çok katmanlı direkt nanofiltrasyon membran (dNF40) sisteminden geçirilmek üzere, 15 litrelik bir cam kap içinde Reaktör X isimli sentetik atıksu düzeneği hazırlanmıştır. Hem homojen bir karışım sağlanması ve hem de çalışma süresince anaerobik şartların oluşmaması için sentetik atıksuyun bulunduğu cam şişe, 24 saat boyunca havalandırılmıştır. Havalandırma işlemi için siyah silikon boru ile hava sağlayan bir

havalandırma cihazı kullanılmıştır (Heto-siyah akvaryum hortumu ve Resun-air8000 hava motoru).



Şekil 3.1 Ultra Saf Su Üretim Pilotu (Ökoteck, 2021)

Hazırlanan sentetik atıksu karışımına, ticari olarak Sigma Aldrich firmasından temin edilen farklı boyutlarda mikro ve nanoplastikler eklenmiştir. Mikroplastikler atıksuda elyaf, partikül ve tabaka gibi çok çeşitli şekillerde ve boyutlarda mevcut olabilmektedir. Mikroplastikli sentetik atıksu hazırlamak için bilimsel olarak raporlanmış verilerden yararlanılmıştır (Li ve diğ., 2018; Xu ve diğ., 2020; Ganie ve diğ., 2021; Lin ve diğ., 2021). Reaktör X sentetik atıksu düzeneğine ilave edilen mikro/nano plastik boyutları ve ml'deki partikül adedi Tablo 3.2' de gösterilmiştir.

Tablo 3.2 Reaktör X (15L) İçin Hazırlanan Sentetik Atıksuya İlave Edilen Mikro/Nano Plastik (Sigma Aldrich) Boyutları ve ml'deki Partikül Adedi.

Partikül Boyut	Partikül/ ml (Sigma Alrich, Ticari üründe)	Seyreltme Sonrası 15L'lik Sentetik Atıksuya İlave Edilen Partikül	15L'lik sentetik atıksudaki partikül/ml
100 nm	$7,9 \times 10^{13}$	30 μ L'lik mikropipet ile 237 x10 ¹⁰	15,8 x10 ⁷
0.055 μ m	$1,098 \times 10^{15}$	15 μ L'lik mikropipet ile 16,47 x 10 ¹²	1,098 x 10 ⁹
1 μ m	$1,8 \times 10^{11}$	30 μ L'lik mikropipet ile 54 x10 ⁸	3,6 x 10 ⁵
10 μ m	$1,8 \times 10^8$	30 μ L'lik mikropipet ile 54 x10 ⁵	3,6 x 10 ²
200 μ m	$2,3 \times 10^4$	1000 μ L'lik mikropipet ile 34,4 x10 ⁴	23 adet

Çalışma süresi içerisinde Reaktör X (15 L) evsel atıksu düzeneğine ek olarak, mikroplastığe bağlı ve serbest yaşayan bakteri miktarının zamana bağlı değişimini ayrıca karşılaştırmak amacıyla Kontrol (1 L) ve Reaktör (1 L) sentetik atıksu düzenekleri oluşturulmuştur. Her iki düzenek de kontrollü koşullarda sıcaklık, pH, çözülmüş oksijen, kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ), tuzluluk ve iletkenlik parametreleri izlenerek, OECD sentetik evsel atıksu standardına uygun şekilde hazırlanmış ve McFarland 0,5 bulanıklık standardına göre *Escherichia coli* (*E. coli*) kültürü (10^8 KOB/100 ml) ile aşılansak, oda sıcaklığında 24 saat boyunca havalandırılmıştır. Kontrol düzeneğinde yalnızca *E. coli* bulunurken, Reaktör sentetik atıksu düzeneğine, Reaktör X ile eş miktarlarda olacak şekilde, Sigma Aldrich firmasından temin edilen farklı boyutlardaki (100 nm, 0,055 μ m, 1 μ m, 10 μ m, 200 μ m) mikro ve nanoplastikler eklenmiştir. Reaktör (1 L) sentetik atıksu düzeneğine eklenen mikro ve nanoplastik boyutları ve mililitredeki partikül sayısı Tablo 3.3'te gösterilmiştir.

Tablo 3.3 Reaktör (1L) İçin Hazırlanan Sentetik Atıksuya İlave Edilen Mikro/Nano Plastik (Sigma Aldrich) Boyutları ve ml'deki Partikül Adedi

Partikül Boyut	Partikül/ ml (Sigma Aldrich, Ticari üründe)	Seyreltme Sonrası 1L'lik Sentetik Atıksuya İlave Edilen Partikül	1L'lik sentetik atıksudaki partikül/ml
100 nm	$7,9 \times 10^{13}$	2 μ L'lik mikropipet ile $15,8 \times 10^{10}$	$15,8 \times 10^7$
0,055 μ m	$1,098 \times 10^{15}$	1 μ L'lik mikropipet ile $1,098 \times 10^{12}$	$1,098 \times 10^9$
1 μ m	$1,8 \times 10^{11}$	2 μ L'lik mikropipet ile $3,6 \times 10^8$	$3,6 \times 10^5$
10 μ m	$1,8 \times 10^8$	2 μ L'lik mikropipet ile $3,6 \times 10^5$	$3,6 \times 10^2$
200 μ m	$2,3 \times 10^4$	1000 μ L'luk mikropipet ile $2,3 \times 10^4$	23 adet

Çalışmamızda evsel nitelik sentetik atıksuların hazırlama aşamaları Şekil 3.2'de gösterilmiştir.



Şekil 3.2 Sentetik Evsel Atıksu Hazırlama Aşamaları

Çalışmanın yürütülmesi sırasında, sucul ekosistemdeki bakterilerin serbest gelişimi ile mikroplastiklere zamana bağlı tutunma eğiliminde organik madde içeriğinin etkisini incelemek amacıyla, iki farklı sentetik atıksu ortamı ve bunlara ait kontrol grupları hazırlanmıştır (Tablo 3.4). Yüksek organik içerikli (YOİ: 172-65 mg KOİ/L) ve düşük organik içerikli (DOİ: 30-4

mg KOİ/L) olarak tasarlanan bu ortamlar, Tablo 3.1’de verilen OECD evsel sentetik evsel atıksu standartlarına uygun şekilde formüle edilmiştir. YOİ ortamı Reaktör X (15L) ve Reaktör (1L) ile aynı şekilde, DOİ ortamı ise % 80 daha az organik madde içeriği ile hazırlanmıştır. Her bir deney grubu için 4 litrelik sentetik atıksu hazırlanmış ve içerisine 200 µm boyutunda polistiren mikroplastikler (Sigma-Aldrich) eklenmiştir (Tablo 3.5). Daha sonra, McFarland 0.5 bulanıklık standardına göre ayarlanmış 10^8 KOB/100 ml konsantrasyonda *E. coli* aşılansmış ve oda sıcaklığında 24 saat boyunca havalandırılarak bekletilmiştir.

YOİ ve DOİ’ ye ait Kontrol gruplarında ise aynı koşullar sağlanmış ancak mikroplastik ilavesi yapılmamıştır. Tüm düzeneklerde sıcaklık, pH, çözülmüş oksijen, kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ), tuzluluk ve iletkenlik parametreleri örneklemenin yapıldığı esnada izlenmiş ve kontrol altında tutulmuştur. İlgili parametrelere Bölüm 4.2’de yer verilmiştir.

Tablo 3.4 YOİ ve DOİ Sistemleri İçin Hazırlanan 4 Litrelik Sentetik Atıksu Ortamları

Sentetik Atıksu Sistemleri	Atıksu Türü	Mikroplastik (MP)	<i>E. coli</i>
YOİ	Yüksek KOİ (172–65 mg/L)	Var (200 µm PS)	Aşılandı
DOİ	Düşük KOİ (30–4 mg/L)	Var (200 µm PS)	Aşılandı
Kontrol – YOİ	Yüksek KOİ (172–65 mg/L)	Yok	Aşılandı
Kontrol – DOİ	Düşük KOİ (30–4 mg/L)	Yok	Aşılandı

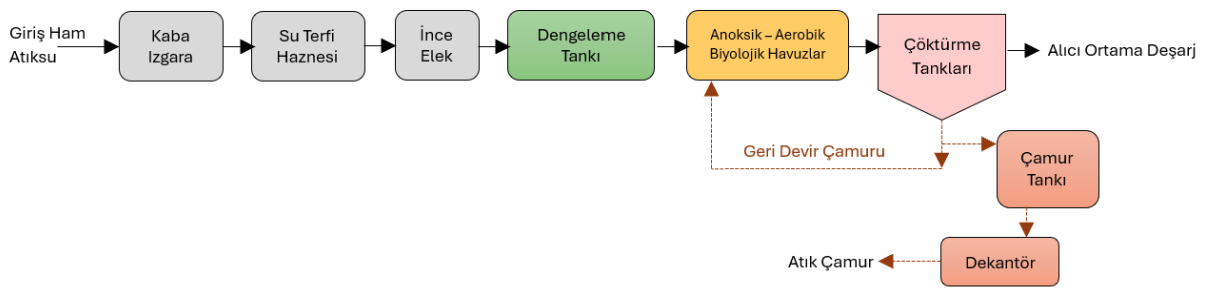
Tablo 3.5 YOİ ve DOİ Sistemlerine İlave Edilen Mikroplastik Boyutu ve ml’deki Partikül Adedi.

Partikül Boyut (µm)	Partikül/ ml (Sigma Alrich, Ticari üründe)	Seyreltme sonrası 4 L sentetik atıksuya ilave edilen partikül	4L’lik sentetik atıksudaki partikül/ml
200	$2,3 \times 10^4$	55.200 adet	13,8 adet/ml

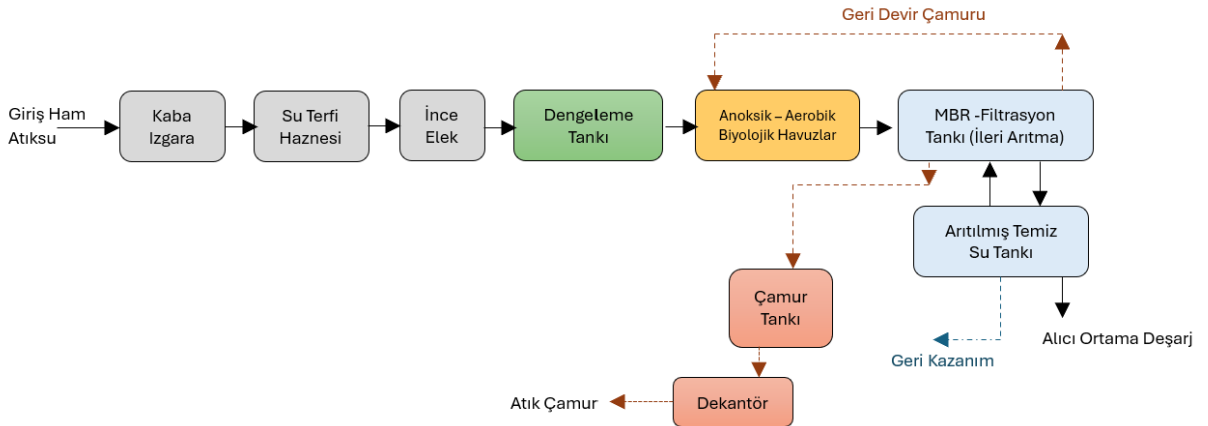
Tez çalışmamız kapsamında, gerçek atıksu numuneleri olarak iki farklı evsel atık su arıtma tesisine (AAT) ait deşarj suları incelenmiştir. Tesislerin konumu ve isimleri, gizlilik politikaları gereği açıklanmamış olup, çalışma boyunca "konvansiyonel evsel atık su arıtma tesisi deşarj suyu (Konvansiyonel)" ve "ileri [membran biyoreaktör (MBR)] evsel atık su arıtma tesisi deşarj suyu" olarak ifade edilmiştir.

İncelenen iki atık su arıtma tesisi, farklı debi kapasitelerine ve arıtma teknolojilerine sahiptir. Konvansiyonel evsel atık su arıtma tesisi, yaklaşık $95.000 \text{ m}^3/\text{gün}$ debi kapasitesi ile 500 bin

nüfusa hizmet vermekte olup, tasarım kapasitesi 130.000 m³/gün' dür. Bu tesiste, biyolojik arıtma süreçleri uygulanmakta ve son çöktürme tankları ile dezenfeksiyon üniteleri kullanılmaktadır (Şekil 3.2). Diğer taraftan, ileri (MBR) evsel atık su arıtma tesisi, 9.900 m³/gün debi kapasitesi ile yaklaşık 200 bin nüfusa hizmet vermektedir. Bu tesis, biyolojik arıtma ile membran biyoreaktör (MBR) teknolojisini birleştiren bir sistem kullanmakta olup, ultrafiltrasyon (UF) düz levhalı membranlara sahip batık membran reaktörü ile çalışmaktadır. Bu teknoloji, ikinci bir çöktürme tankına ihtiyaç duyulmaması açısından konvansiyonel sistemlerden ayrılmaktadır (Şekil 3.3).



Şekil 3.3 Konvansiyonel Evsel Atıksu Arıtma Tesisi Akım Şeması



Şekil 3.4 İleri (MBR) Evsel Atık Su Arıtma Tesisi Akım Şeması

Evsel atıksu arıtma tesislerinde, kış aylarında mikropplastik (MP) kirliliğinin daha yüksek düzeyde olduğu bazı çalışmalarda raporlanmıştır (Koyuncuoğlu, 2021). Bu nedenle, atıksu örneklemeleri her iki tesisten de Aralık ayında, 24 saatlik bir periyot boyunca, sekizer saatlik aralıklarla üç kez gerçekleştirilmiştir. Örneklemeler, konvansiyonel tesiste ve ileri (MBR) tesiste deşarj noktasından gerçekleştirilmiştir. Örnek toplama dönemlerinde deşarj atıksuyu tesis

yetkilileri tarafından dezenfekte edilmemiştir. Her bir örnekleme noktasından 5 litre olacak şekilde cam şişelerde örnekler toplanmıştır. Her bir deney için toplamda, konvansiyonel tesisten 15 litre ve ileri (MBR) arıtma tesisinden 15 litre olmak üzere atık su örnekleri elde edilmiştir. Bu örnekleme stratejisi, Pivokonsky ve diğ. (2018) tarafından önerilen yöntemlere uygun olarak gerçekleştirilmiştir.

Atık su debisi ile mikroplastik konsantrasyonu arasındaki ilişkiyi inceleyen önceki çalışmalar (Gündoğdu ve diğ., 2018), debi ile mikroplastik konsantrasyonu arasında istatistiksel bir ilişki olmadığını ortaya koymuştur. Bu bulgu, çalışmamızda kullanılan tesislerin farklı debi kapasitelerine sahip olmasına rağmen, mikroplastik analizlerinin geçerliliğini desteklemektedir.

Gerçek atıksu arıtma tesislerinden temin edilen örnekler cam şişeler içerisinde, oda sıcaklığında saklandı ve homojen bir karışım sağlamak için 24 saat boyunca havalandırıldı. Bu süreçte, anaerobik koşulların oluşması da engellendi. Havalandırma ekipmanı olarak siyah silikon boru ile hava sağlayan bir havalandırma cihazı kullanıldı (Heto- siyah akvaryum hortumu, Resun-air8000 hava motoru). Örneklerin plastik kontaminasyondan korunmasına özen gösterildi.

3.2 DEĞİŞKEN ÇEVRESEL PARAMETRELER

Sentetik atıksu ve gerçek atıksu düzeneklerinin hazırlanması ardından, takibi için gerçekleştirilen sıcaklık (°C), çözünmüş oksijen (mg/l), iletkenlik (mS/cm) ve tuzluluk (‰) değerleri, laboratuvar ortamında YSI multiparametre cihazı (YSI 550) ile ölçülerek belirlenmiştir.

Bulanıklık ölçümleri Lovibond- TB250 WL cihazı ile, KOİ (Kimyasal Oksijen İhtiyacı) analizleri Lovibond - CSB/COD Termoreaktör ve MD 610 Fotometre ile gerçekleştirildi.

pH ölçümleri ise Lange- HQ40D Çift Kanallı Multimetre cihazı yapılmıştır.

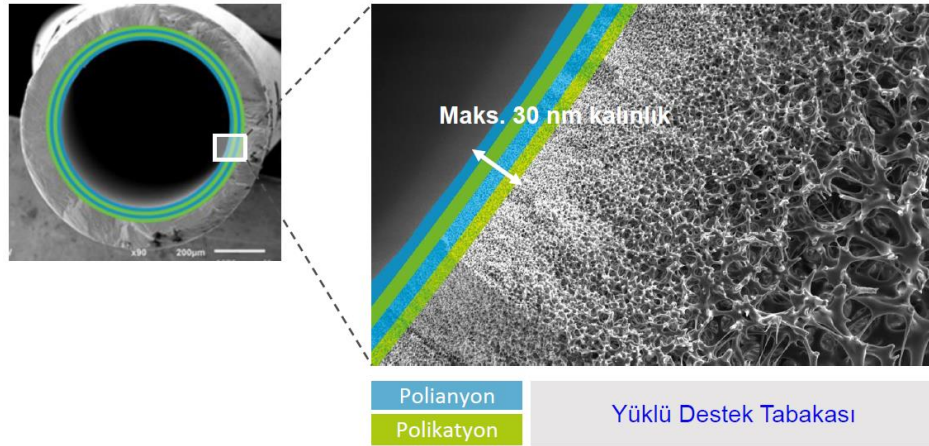
3.3 ÇOK KATMANLI DİREKT NANOİLTRASYON SİSTEMİ VE UYGULAMA PROTOKOLLERİ

Çok katmanlı ince boşluklu fiber teknolojisine sahip nanofiltrasyon, oldukça yeni bir yöntem olduğundan, bu çalışmada küçük mikropplastikler ve özellikle nanopplastiklerin tutulmasını sağlamak amacıyla polielektrolit katman kombinasyonlarına sahip laboratuvar ölçekli bir adet nanofiltrasyon membran modülü kullanılmıştır. Bu modül, Enschede, Hollanda'da bulunan NX Filtration BV tarafından üretilen dNF40 membran modülüdür (Şekil 3.5).

Tedarikçi firmanın verilerine göre, modifiye edilmiş polietersülfon (PES) esaslı dNF40 membran modülünün, negatif yüzey yüküne sahip bir son katman içerdiği belirtilmiştir (Şekil 3.6). Bu test dNF40 membranın, standart hidrolik geçirgenliği 25 °C'de yaklaşık 7 L/h/m²/bar ve toplam filtrasyon alanı 0,05 m²'dir (NX Filtration, 2021).



Şekil 3.5 Laboratuvar Ölçekli Çok Katmanlı İnce Boşluklu Fiber Yapıdaki Nanofiltrasyon (dNF40) Membran Modülü (NX Filtration, 2021)



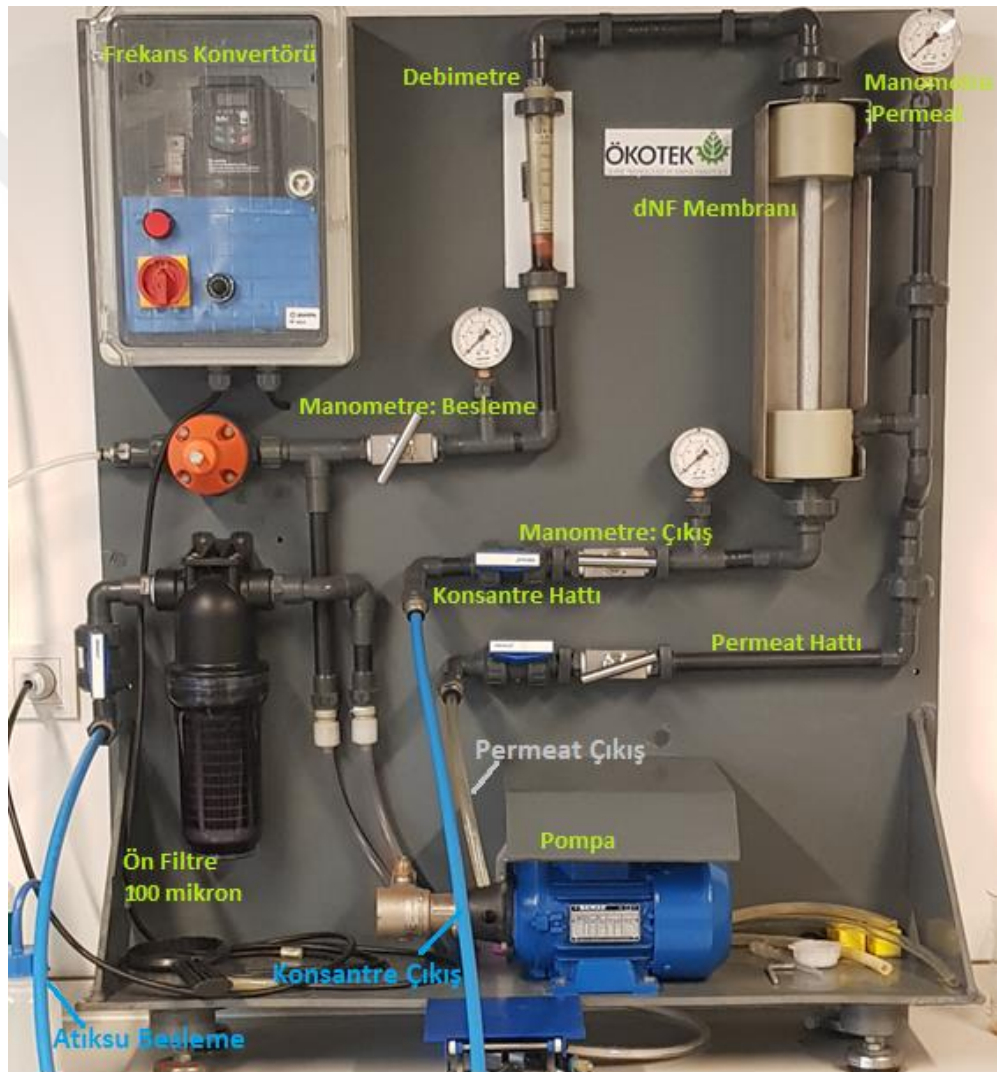
Şekil 3.6 Bir Tane Boşluklu Fiber Membran Kesiti ve Fiberin İç Kısımında Bir Polielektrolit Nano Tabaka Kaplamalı Yoğun Polietersülfon (PES) Desteği- Çok Katmanlı Nanofiltrasyon (dNF40) Membranı (NX Filtration, 2021)

NX Filtration BV firması tarafından temin edilen dNF40 membranının detaylı teknik özellikleri ve operasyonel sınır değerleri, Tablo 3.6’te ayrıntılı olarak bahsedilmiştir.

Tablo 3.6 dNF40 Membranının Özellikleri ve Çalışma Sınırları (NX Filtration, 2021).

Parametreler	Değerler
Membran Parametreleri	
Modül malzemesi (gövde-membran)	PVC-Modifiye PES
Moleküler ağırlık sınırı (MWCO)	400 Dalton
Membran yüzey yükü	pH 7'de negatif
Membran min. tutma oranı (MgSO_4) [%]	%91
Membran fiber iç çapı [mm]	0.7 mm
Fiber sayısı	111
Fiber uzunluğu	300 mm
İşletme şekli	İçten dışa, çapraz akış
Membran Çalışma Sınırları	
Maksimum sıcaklık [$^{\circ}\text{C}$]	40 $^{\circ}\text{C}$
Çalışma pH aralığı	2 – 12
Temizlik pH aralığı	1 – 13
Çapraz akış hızı [m/s]	0.1 – 2.0 m/s
Maksimum transmembran basıncı (TMP) [bar]	6 bar
Maksimum ters yıkama basıncı [bar]	6 bar
Maksimum sistem basıncı [bar]	10 bar
Maksimum aktif klor konsantrasyonu [ppm]	pH> 10'da 500 ppm

Reaktör X (15 L) sentetik atıksu numunesi, konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarjı ve ileri (MBR) evsel atıksu arıtma tesisi deşarjından alınan atıksu numunelerde bulunan 20 µm'den küçük mikropplastikler, 1 µm'den küçük nanopplastikler ve bunlara bağılı bakterilerin giderimine yönelik çalışmaların gerçekleştirilmesi amacıyla, ÖkoteK Çevre Teknolojisi ve Kimya San. A.Ş. İstanbul laboratuvarında kurulu olan laboratuvar ölçekli çok katmanlı direkt nanofiltrasyon membran test pilotu tez çalışmaları kapsamında kullanılmak üzere hazır hale getirilmiştir (Şekil 3.7).



Şekil 3.7 Çok Katmanlı Direkt Nanofiltrasyon Laboratuvar Ölçekli Test Pilotu (ÖkoteK, 2021)

Sistem, taşınabilir bir test ünitesidir. ÖkoteK A.Ş. tarafından, NX Filtration'ın çok katmanlı, ince boşluklu fiber yapıya sahip nanofiltrasyon (NF) modüllerinin su arıtma performansını ve kirlotici giderme verimliliğini deęerlendirmek amacıyla potansiyel müşterilere yönelik ön

Kurulu laboratuvar ölçekli sistemde 400 L/h debide frekans kontrollü pompa, iğne ve küresel vanalar, 0-10 bar arasında ölçüm yapabilen manometreler, 60-600 L/h arası ölçüm yapabilen debi ölçer mevcuttur.

Bu çalışmada, dNF40 membran modülü kullanılarak gerçekleştirilen filtrasyon deneylerinde, evsel sentetik atıksu (Reaktör X) ve gerçek evsel atıksu arıtma tesisleri deşarj atıksu numunelerini içeren besleme düzenekleri ayrı ayrı, yüksek basınçlı bir pompa (3) aracılığıyla sisteme aktarılmıştır. Su, dNF40 membran modülüne ulaşmadan önce, 100 mikronluk bir ön filtreden (2) geçirilerek büyük partiküllerden arındırılmış ve membran gözeneklerinin tıkanması önlenmiştir. Numune içerisindeki katı maddelerin filtrelenmesini takiben, basınç ve debi ayarlamaları yapılan numune, iğne vana (6) üzerinden geçirilmiştir. Bu parametreler, basınç göstergesi (7) ve debimetre (rotametre) (8) kullanılarak takip edilmiştir.

Deneyler, sistemin çapraz akış modunda çalıştırılmasıyla gerçekleştirilmiş olup, besleme akışı frekans sürücüsüne sahip pompa yardımıyla kontrol edilmiştir. Ayrıca, sistemdeki basıncın 6 Bar'ı aşması durumunda, basınç tahliye valfi (5) devreye girerek fazla suyun tahliye borusuna yönlendirilmesini sağlamış ve sistemin zarar görmesi engellenmiştir. Boru bağlantıları, Flowtech tarafından sağlanan polisülfan (PSU) malzemeden üretilmiştir (NX Filtration, 2021).

Deneylerde kullanılan dNF40 membranı (9), içten dışa doğru filtrasyon prensibiyle çalışmış olup, besleme suyu membrana girdikten sonra permeat ve konsantre olmak üzere iki ayrı hattan çıkış yapmıştır. Konsantre suyu, 11 numaralı iğne vana ve 13 numaralı küresel vana üzerinden tahliye edilirken, permeat suyu 12 numaralı iğne vana ve 14 numaralı küresel vana kullanılarak elde edilmiştir. Permeat, cam şişede biriktirilmiş, konsantre suyu ise besleme düzeneğine (1) geri yönlendirilerek sistemde yeniden kullanılmıştır.

Deneyler sırasında, anaerobik koşulların oluşmasını önlemek ve süspansiyon halindeki katı partiküllerin ile kolloidal maddelerin çökmesini engellemek amacıyla sisteme silikon havalandırma borusu entegre edilmiştir. Sistemdeki akış kontrolü, besleme (6), permeat (arıtılmış su) (12) ve konsantre (11) hatlarında bulunan kapaklı vanalar aracılığıyla sağlanmıştır. Transmembran basıncı (TMP), konsantre hattındaki vananın (11) kısmen kapatılmasıyla ayarlanırken, besleme (6) ve permeat (12) vanaları tam açık konumda tutulmuştur. Besleme (7), permeat (15) ve konsantre (10) hatlarındaki basınçlar, basınç

göstergeleri ile izlenmiştir (Ökoteck, 2021; NX Filtration, 2021). Tüm bu kontroller, filtrasyon sürecinin verimli ve kesintisiz bir şekilde sürdürülmesini sağlamıştır.

Direkt Nanofiltrasyon laboratuvar test pilotunda, besleme basıncı tüm düzenekler için 6 barda ve çapraz akış hızı v (m/s) 0,5 olarak tutulmuştur. Bununla birlikte, 6 bar da çalışılırken, sistemde oluşan konsantre atıksuyun planlı şekilde %100 başa (besleme düzeneğine) döndürülmesi ile %75 -80 oranında geri kazanım sağlanmıştır. Ayrıca, sistemden 40 – 50 ml/dk arıtılmış su (permeat) alınabildiği belirlenmiştir.

Buna ek olarak, atıksu numuneleri bakteriyolojik analizler için 3 tekrarlı (5L) olarak, MNP spektroskopik analizleri için ise, 2 tekrarlı (7,5L) şekilde dNF sisteminden geçirilmiştir. Reaktör X düzeneğinin direkt nanofiltrasyon laboratuvar test pilotundan geçirilmesi sırasında, pilotun zorlandığı ve membran basıncının dengelenmesi için acil durum tahliye borusundan su kaçıışı olduğu belirlenmiştir. Bu hat, su kaybı olamaması adına konsantre ile atıksu besleme düzeneği içerisine döndürülmüştür.

Direkt nanofiltrasyon laboratuvar test sistemi çalıştırıldığında, belirli bir süre sonra hem pompa çalışması hem de konsantre atıksuyunun yeniden besleme düzeneğine döndürülmesi nedeniyle, besleme atıksu (ham atıksu ve konsantre) ve permeat (temiz su) numunelerinin sıcaklığı yükselmiştir. Deneyler sırasında, her bir atıksu düzeneğinde su sıcaklığının 3-4°C arttığı gözlemlenmiştir. Bu sıcaklık artışı membranda bir tıkanmaya neden olmamıştır. Bununla beraber, Emamjomeh ve diğerleri (2019) çalışmalarında, su sıcaklığındaki yükselmenin membran malzemesinde genleşmeye yol açabildiğini, bunun da gözenek çaplarının büyümesine ve dolayısıyla geçirgenliğin artmasına sebep olduğunu belirterek, sıcaklık artışını dengelemek için laboratuvar test pilotunda en az 5 litre ham su numunesi kullanılması önermiştir.

Deneyler sırasında kimyasal destekli geri yıkama işlemi uygulanmamış ve kireç önleyici kimyasallar kullanılmamıştır. Proses koşullarında yapılan her değişikliğin ardından membranlar kimyasal olarak temizlenmiştir. Bu yerinde temizleme (CIP) prosedürü, öncelikle alkali temizlik (30 ppm NaOH, 130 ppm NaOCl, pH 12, 30 dakika), ardından ultra saf su ile 1 dakikalık durulama, daha sonra asidik temizlik (3200 ppm sitrik asit, pH 3, 30 dakika) ve son olarak ultra saf su ile 1 dakikalık durulama adımlarını içermektedir (Ophorst ve diğ., 2024). Bu adımlar, her atıksu numunesi değişiminde filtrasyon öncesi hem kontaminasyonun

önlenmesi hem de membranların performansını korumak ve uzun ömürlü olmasını sağlamak amacıyla uygulanmıştır.

3.4 KONTAMİNASYON KONTROLÜ

Bu çalışmada hem saha hem de laboratuvar ortamlarında hava yoluyla bulaşmanın önlenmesine büyük önem verilmiştir (Murphy ve diğ., 2016). Atıksu arıtma tesislerinden numune toplama işlemi sırasında cam kap ve şişeler tercih edilmiş, bu kapların ağzı yalnızca numune alma sırasında açılmış ve geri kalan tüm süreç boyunca kapalı tutulmuştur. Deneylerden önce laboratuvar yüzeyleri % 70'lik etanol çözeltisi ile detaylı şekilde temizlenmiş, ayrıca kontaminasyonun kontrolü için şahit örnekler hazırlanmıştır. Filtrasyon işlemleri, laboratuvar ortamında çeker ocak içerisinde, ateş eşliğinde aseptik şartlarda gerçekleştirilmiş olup, hava kaynaklı bulaşmayı önlemek amacıyla tüm cam ekipmanlar ve süzme seti, numune hazırlığı dışında alüminyum folyoyla kaplanmıştır (Koelmans ve diğ., 2019).

Hem sentetik atıksu hazırlamada hem de temizlik amacıyla kullanılan ultra saf su, Ökoteck A.Ş. İstanbul laboratuvarından temin edilmiş ve otoklavda 121°C'de 15 dakika steril edilmiştir.

Erlenler, beherler ve numune ekleme hunisi gibi cam malzemeler ile süzme seti ve pense gibi laboratuvar ekipmanları, numuneler arasında olası çapraz kontaminasyonu engellemek için her kullanım öncesinde ve sonrasında 0,2 µm por boyutuna sahip rejenere selüloz filtrelerden geçirilmiş ultra saf steril su ile üç kez durulanmıştır (Pivokonsky ve diğ., 2020; Mintenig ve diğ., 2019). Analiz sürecinin tamamında, kontaminasyonu en aza indirmek için yalnızca %100 pamuklu laboratuvar önlükleri kullanılmıştır (Oßmann ve diğ., 2018). Plastik malzeme kullanımı mümkün olduğunca sınırlandırılmış ancak tamamen ortadan kaldırılamamıştır.

Numune hazırlık aşamasında, ultra saf su sisteminden (Ökoteck A.Ş., İstanbul laboratuvarından temin edilmiştir) kaynaklanabilecek olası partikül kontaminasyonunu belirlemek amacıyla, 0,25 L hacminde iki paralel şahit örnek analize dahil edilmiştir. Kullanılmadan önce tüm filtreler ve Petri kapları, optik mikroskop altında dikkatlice incelenerek görünür partikül veya fiber içermediği doğrulanmıştır (Lares ve diğ., 2018). Buna ek olarak, olası kontaminasyonu değerlendirmek için naylon ve rejenere selüloz filtrelerden oluşan boş şahit filtreler, iki tekrar ile mikro-Raman analizine tabi tutulmuştur.

Son dönemde Koelmans ve diğeri (2019), mikroplastik su analizlerinde kullanılan metodolojilerin güvenilirliğini değerlendirmek için belirli kriterler içeren bir sistem önermiştir. Bu çalışmada, söz konusu kriterler baz alınarak nicel bir puanlama yaklaşımı uygulanmıştır. Numune işleme süreçleri (örneğin, numune alma metodolojisi, numune büyüklüğü, laboratuvarda kontaminasyon kontrolü ve kimyasal analiz) için belirlenen kriterler, 0 (güvenilmez) ile 2 (güvenilir) arasında derecelendirilmiştir. Maksimum toplam puan 18 olarak belirlenirken, atıksu analizlerinde ortalama puan 7,3 (minimum 3 – maksimum 13) olarak tespit edilmiştir. Bu çalışmada önerilen kriterlere göre 11 puan alınmış olup, bu değer, atıksu çalışmalarındaki ortalama puan olan 7,3'ün üzerindedir (Koelmans ve diğ., 2019; Mintenig ve diğ., 2020).

3.5 BAKTERİYOLOJİK ÇALIŞMALAR

OECD standartlarına göre hazırlanan ReaktörX sentetik atıksu, gerçek konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarjı ve MBR teknolojisine sahip ileri evsel atıksu arıtma tesisi deşarj atıksu numuneleri, laboratuvar ölçekli çok katmanlı direkt nanofiltrasyon arıtma sisteminden (dNF) geçirilmeden önce ve sonra, yedi gün aralıklarla üç tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir. Aynı standarda göre hazırlanan Reaktör (1L), yüksek (YOİ) ve düşük (DOİ) organik madde içerikli (4L) sentetik atıksu numuneleri ve tüm kontrol grupları da aynı aralıklarla toplanıp 3 tekrarlı olarak incelenmiştir.

Analizlerde, 0,2 µm por açıklığına sahip rejenere selüloz (ISOLAB) filtreden geçirilmiş steril distile su kullanılmıştır. Deneylerde, serbest ve mikroplastığa bağlı bakterilerin sayılabilir düzeylerde tespiti amacıyla; serbest bakteri örnekleri en fazla 10^{-6} , MP bağlı bakteri örnekleri ise en fazla 10^{-8} seviyesine kadar seri dilüsyonları hazırlanmıştır (APHA, 2017). dNF sonrası (çıkış) örneklerinde ise düşük bakteri düzeyleri nedeniyle seyreltme gerekmemiş, doğrudan ekim tercih edilmiştir (Ophorst ve diğ., 2024). Uygun dilüsyon düzeyleri, örnek tipi, ölçüm zamanı ve bakteri düzeyleri dikkate alınarak optimize edilmiştir.

Mikroplastikler üzerindeki bakteriyel tutunma dinamiklerini zamana bağlı olarak değerlendirmek amacıyla, sentetik atıksu sistemlerinde 2., 9., 16., 23. ve 30. günlerde analiz gerçekleştirilmiştir. İlk ölçümler, biyofilm oluşumunun başlangıç evresini yakalayabilmek için 48 saatlik bekleme sonrasında gerçekleştirilmiştir. Bu süre, biyofilm olgunlaşması için

literatürde önerilen zaman aralığına uygunluğu nedeniyle bilinçli olarak seçilmiştir (Flemming ve Wuertz, 2019, Gross ve diğ., 2025). Deney boyunca havalandırma ve sıcaklık kontrolü gibi parametreler, gerçek atıksu arıtma koşullarını simüle edecek şekilde sabit tutulmuştur.

Bakteriyolojik çalışmalarda kullanılan numuneler ve analiz yöntemleri Tablo 3.8’de özetlenmiştir.

Tablo 3.8 Bakteriyolojik Çalışmalarda Kullanılan Numuneler ve Analiz Yöntemleri

Analiz	Numune	Yöntem
Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) Sayısı	1.Reaktör X Sentetik Atıksu (15L)- dNF40’ten Önce ve Sonra 2.Gerçek Konvansiyonel Evsel Atıksu Arıtma Tesisi Deşarj Suyu-dNF40’ten Önce ve Sonra 3.Gerçek İleri (MBR) Evsel Atıksu Arıtma Tesisi Deşarj Suyu-dNF40’ten Önce ve Sonra 4. Kontrol Sentetik Atıksu (1L) 5. Reaktör Sentetik Atıksu (1L) 6. YOİ Sentetik Atıksu (Yüksek Organik İçerikli, 4 L) 7. DOİ Sentetik Atıksu (Düşük Organik İçerikli, 4 L) 8. Kontrol -YOİ Sentetik Atıksu (Yüksek Organik İçerikli, 4 L) 9. Kontrol - DOİ Sentetik Atıksu (Düşük Organik İçerikli, 4 L)	Yayma Plak Yöntemi (APHA, 2017)
<i>Escherichia coli</i> (<i>E. coli</i>) Sayısı	1. Reaktör X Sentetik Atıksu (15L)- dNF40’ten Önce ve Sonra 2.Gerçek Konvansiyonel Evsel Atıksu Arıtma Tesisi Deşarj Suyu-dNF40’ten Önce ve Sonra 3.Gerçek İleri (MBR) Evsel Atıksu Arıtma Tesisi Deşarj Suyu-dNF40’ten Önce ve Sonra 4. Kontrol Sentetik Atıksu (1L) 5. Reaktör Sentetik Atıksu (1L) 6. YOİ Sentetik Atıksu (Yüksek Organik İçerikli, 4 L) 7. DOİ Sentetik Atıksu (Düşük Organik İçerikli, 4 L) 8. Kontrol -YOİ Sentetik Atıksu (Yüksek Organik İçerikli, 4 L) 9. Kontrol - DOİ Sentetik Atıksu (Düşük Organik İçerikli, 4 L)	Yayma Plak Yöntemi (APHA, 2017)
Mikroplastiklere Tutunan Bakteri Düzeyi (HAB ve <i>E. coli</i>)	1. Reaktör X Sentetik Atıksu (15L)- dNF40’ten Önce ve Sonra 2.Gerçek Konvansiyonel Evsel Atıksu Arıtma Tesisi Deşarj Suyu-dNF40’ten Önce ve Sonra 3.Gerçek İleri (MBR) Evsel Atıksu Arıtma Tesisi Deşarj Suyu-dNF40’ten Önce ve Sonra 4. Kontrol Sentetik Atıksu (1L) 5. Reaktör Sentetik Atıksu (1L) 6. YOİ Sentetik Atıksu (Yüksek Organik İçerikli, 4 L) 7. DOİ Sentetik Atıksu (Düşük Organik İçerikli, 4 L) 8. Kontrol -YOİ Sentetik Atıksu (Yüksek Organik İçerikli, 4 L) 9. Kontrol - DOİ Sentetik Atıksu (Düşük Organik İçerikli, 4 L)	Membran Filtrasyon Yöntemi (APHA, 2017)
Farklı Membran Filtreler ile Yapılan Çalışmada Mikroplastiklere Tutunan Bakteri Düzeyi (HAB ve <i>E. coli</i>)	1. Reaktör X Sentetik Atıksu (15L)- dNF40’ten Önce ve Sonra 2.Gerçek Konvansiyonel Evsel Atıksu Arıtma Tesisi Deşarj Suyu-dNF40’ten Önce ve Sonra 3.Gerçek İleri (MBR) Evsel Atıksu Arıtma Tesisi Deşarj Suyu-dNF40’ten Önce ve Sonra	Membran Filtrasyon Yöntemi (APHA, 2017)

*Kontrol düzenekleri içerisine mikro-nanoplastik ilavesi yapılmamıştır. Sadece membran filtrasyon yöntemi uygulanarak, filtrede kalan bakteriler analiz edilmiştir.

3.5.1 Atıksudaki Serbest Bakteri Sayısının Belirlenmesi

Atıksu numunelerindeki serbest bakteri düzeyinin belirlenmesi amacıyla, Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) ve *E. coli* düzeyi araştırılmıştır.

Mikroplastik-bakteri etkileşimlerini önlemek amacıyla, filtrasyon yerine pasif sedimentasyon protokolü uygulanmış; numuneler 4°C’de 2 saat boyunca statik olarak

bekletildikten sonra üst süpernatant kısmı steril mikro pipetlerle toplanmıştır (Masura ve diğ., 2015)

Serbest bakteri analizlerinde, dNF öncesi numuneler Bölüm 3.5'te belirtildiği üzere numune konsantrasyonuna bağlı olarak belirlenen seri dilüsyonlara (maksimum 10^{-6}) tabi tutulmuş ve son üç dilüsyon seviyelerinden 0,1 ml alınarak katı besiyerlerine ekim yapılmıştır. dNF sonrası numunelerde ise bakteri düzeyinin doğrudan analiz edilebilir seviyede olduğu gözlemlendiğinden, seyreltme yapılmadan doğrudan 0,1 ml numune katı besiyerlerine ekilmiştir. Koloni sayımları aşağıdaki denklem (3.1) ile KOB/ml cinsinden hesaplanmıştır (APHA, 2017).

$$\text{KOB/ml} = \left(\frac{\text{Koloni Sayısı}}{\text{Ekim Hacmi (ml)}} \right) \times \text{Dilüsyon Faktörü} \quad (3.1)$$

Bu hesaplamada, dNF sonrası numuneler için dilüsyon faktörü 1 alınmıştır.

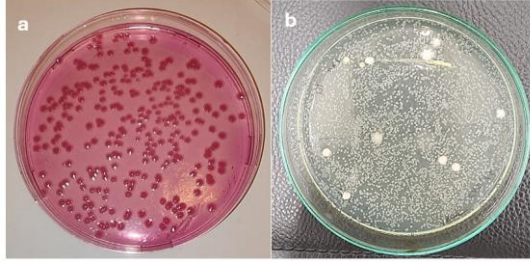
3.5.1.1 Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) Sayısının Belirlenmesi

Sentetik atıksu ve gerçek atıksu örneklerinde HAB sayımı için, dNF öncesi numuneler Bölüm 3.5'te detaylandırılan protokoller doğrultusunda seri dilüsyonları hazırlanıp vorteksleme ile homojenizasyon sağlanmıştır. dNF sonrası numuneler ise, herhangi bir dilüsyon yapılmaksızın, Bölüm 3.5.1'de belirtildiği şekilde steril cam çubuk yardımıyla doğrudan Nutrient Agar (Merck 1.054500) yüzeyine yayılmıştır. Tüm ekim işlemleri üç tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir. Petri kapları 22 ± 0.1 °C'de inkübe edilmiş, plaklar 24 saat aralıklarla kontrol edilerek 72. saatin sonunda gelişen koloniler sayılmıştır. Üç paralel ekimden elde edilen değerlerin ortalaması ve standart sapmaları hesaplanarak, 1 ml atıksudaki kültüre edilebilir HAB düzeyi (KOB/ml) belirlenmiştir (Şekil 3.9; APHA, 2017).

3.5.1.2 Escherichia coli (E. coli) Sayısının Belirlenmesi

Sentetik atıksu ve gerçek atıksu örneklerinde *E.coli* sayımı için, dNF öncesi numuneler Bölüm 3.5'te detaylandırılan protokoller doğrultusunda seri dilüsyonları hazırlanıp vorteksleme ile homojenizasyon sağlanmıştır. dNF sonrası numuneler ise, herhangi bir dilüsyon yapılmaksızın, Bölüm 3.5.1'de belirtildiği şekilde steril cam çubuk yardımıyla doğrudan Endo Agar (Merck 1.04044) yüzeyine yayılmıştır. Tüm ekim işlemleri üç tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir. Petri

kapları, $44,5 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ 'de 24-48 saat inkübe edilmiştir. Koloni morfolojisinin belirginleşmesi için şüpheli örneklerde inkübasyon süresi 48 saate kadar uzatılmıştır. Bu sürenin sonunda, pembe/kırmızı görünen koloniler *E. coli* kolonileri olarak değerlendirilmiştir. Üç paralel ekimden elde edilen verilerin ortalaması ve standart sapmaları hesaplanarak, 1 ml atıksudaki kültüre edilebilir *E. coli* sayıları (KOB/ml) belirlenmiştir (Şekil 3.9; APHA, 2017).



Şekil 3.9 (a) Endo Agar Besiyerinde Gelişen *E. coli*; (b) Nütrient Agar Besiyerinde Gelişen HAB.

Bununla birlikte, şüpheli bulunan koloniler, selektif doğrulama için EC Broth'a (Merck 1.10765) aktarılıp $44,5 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ 'de 48 saat inkübe edilmiştir. Gaz oluşumu ve bulanıklık artışı, *E. coli* varlığının birincil göstergesi kabul edilmiştir (APHA, 2017). Bu pozitif kültürlerden, indol ve metil kırmızısı (MR) testleri ile biyokimyasal doğrulama yapılmıştır.

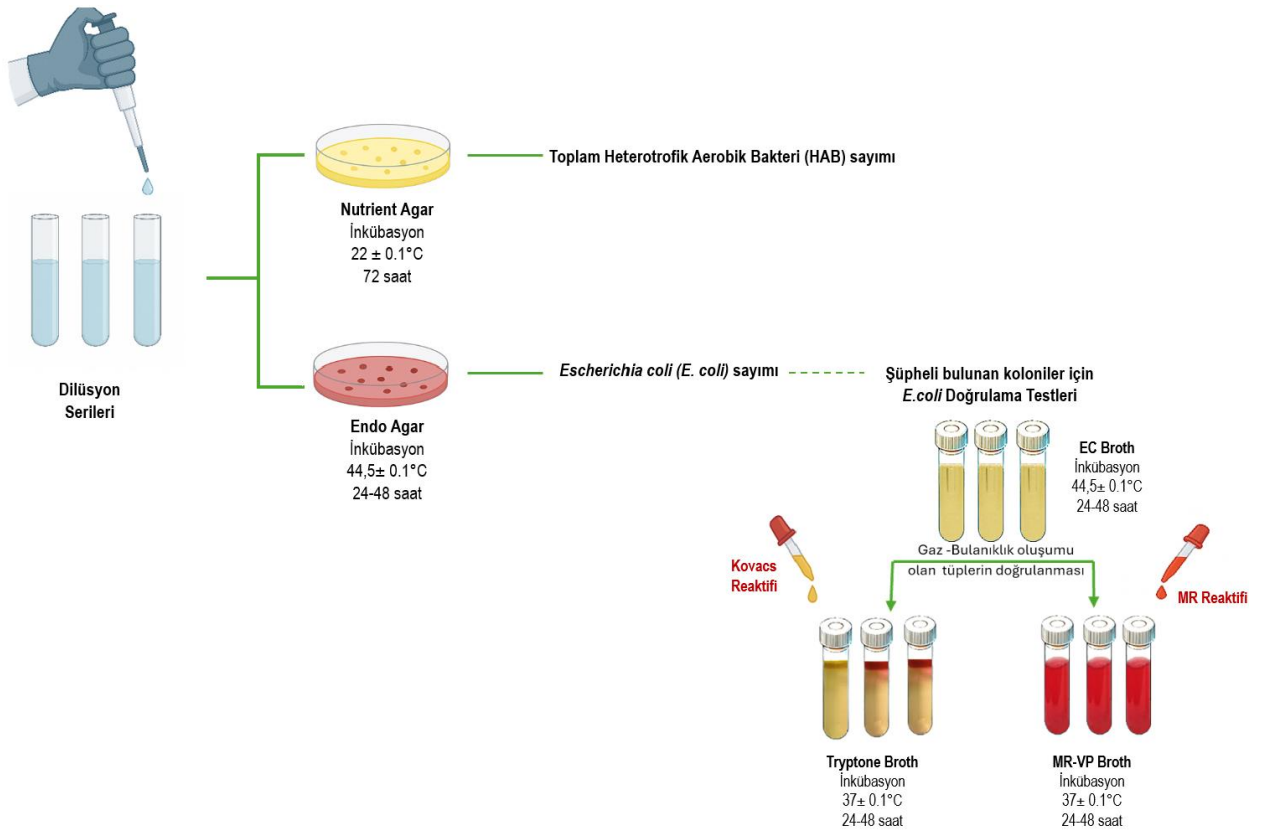
İndol Testi:

EC Broth kültüründen alınan örnekler, Tryptone Broth'a (Merck 1.10694) ekilerek $37 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ 'de 24-48 saat inkübe edilmiştir. İnkübasyon sonunda 1-1,5ml Kovacs reaktifi (Merck 1.09293) eklenmiş; üstte kırmızı halka oluşumu pozitif (*E. coli*) kabul edilmiştir (APHA, 2017).

Metil Kırmızısı (MR) Testi:

İzolatlar, MR-VP Broth'ta (Merck 1.05712) $37 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ 'de 24-48 saat inkübe edilmiştir. Ortama 5 damla metil kırmızısı reaktifi (Merck 1.06076) damlatılmış; kırmızı renk ($\text{pH} \leq 4$) pozitif, sarı/turuncu renk negatif sayılmıştır (APHA, 2017).

Atıksu numunelerindeki serbest *E. coli* ve Toplam HAB düzeylerinin tespit edilmesi ile ilgili aşamalar Şekil 3.10'da gösterilmektedir.



Şekil 3.10 Serbest Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) ve *E. coli* Sayısının Belirlenmesi

3.5.2 Mikroplastiklere Tutunan Bakteri Düzeyinin Membran Filtrasyon Yöntemi ile Tayini

Atıksu örnekleri, mikroplastiklere tutunan bakteri düzeylerinin belirlenmesi için membran filtrasyon yöntemi ile analiz edilmiştir. Yüksek konsantrasyonlu dNF öncesi numunelerde, steril distile su ile 1:10 oranında seyreltme yapılmış ve seyreltilmiş numuneler üç tekrarlı olarak 0,45 µm por açıklığına sahip steril selüloz nitrat membran filtrelerden (Sartorius filtre çapı 47 mm) vakum altında filtrelenmiştir. Filtreler, Şekil 3.11’de gösterildiği gibi mikroplastiklere bağlı bakterileri zenginleştirmek için 10 ml Nutrient broth (Merck 1.0544) içeren ağzı kapalı cam tüplere aktarılmış ve 25°C ± 0.1°C’de 24 saat inkübe edilmiştir (Hidalgo-Ruz ve diğ., 2012). İnkübasyon sonrasında, steril distile su kullanılarak Bölüm 3.5’te açıklanan seri dilüsyonlar hazırlanmış, uygun seyreltme seviyelerinden 0,1ml alınarak ekimler yapılmış ve koloni oluşturan birimler (KOB), denklem (3.2) kullanılarak KOB/100ml cinsinden hesaplanmıştır (APHA, 2017).

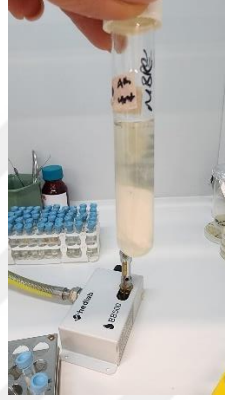
$$\text{KOB}/100 \text{ ml} = \left(\frac{K}{E} \right) \times \left(\frac{NB}{FN} \right) \times \text{Dilüsyon Faktörü} \times 100 \quad (3.2)$$

K: Koloni sayısı

E: Ekim Hacmi (ml)

NB: Nutrient Broth hacmi (ml)

FN: Filtrelenen Numune hacmi (ml)



Şekil 3.11 Mikroplastiklere Tutunan Bakteri Düzeyinin Belirlenmesi için Nutrient Broth İçerisine Aktarılan Membran Filtre

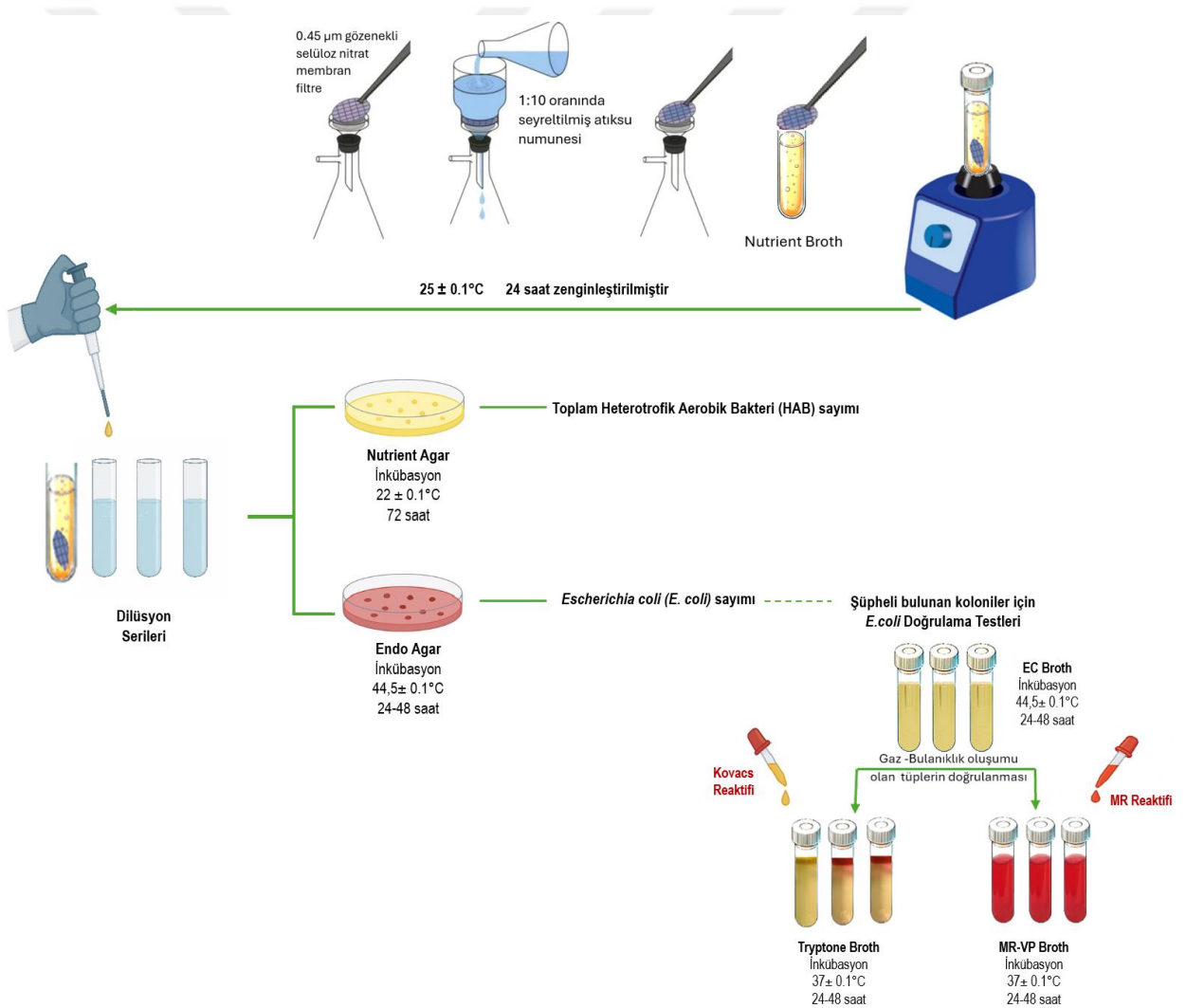
Ophorst ve diğ. (2024) çalışmasında belirtildiği üzere, dNF sonrası (çıkış) numunelerde tespit edilen düşük bakteri konsantrasyonları göz önüne alınarak, çalışmamızdaki bu numunelere seyreltme uygulanmamıştır. Bunun yerine, dNF sonrası 100 ml ham numune doğrudan filtre edilmiş ve aynı zenginleştirme protokolü uygulanmıştır. İnkübasyon sonrasında, nutrient broth içeren tüplerden alınan 0,1 ml’lik örnekler katı besiyerlerine ekilmiş ve koloni sayımları dilüsyon faktörü 1 kabul edilerek denklem (3.2) ile KOB/100ml cinsinden hesaplanmıştır (APHA, 2017).

dNF öncesi ve sonrası mikroplastik içermeyen kontrol gruplarında da aynı protokoller uygulanmış ve filtrede tutulan bakterilerin, mikroplastik (MP) yüzeyine bağlı bakteri düzeyleri ile karşılaştırılmıştır.

3.5.2.1 Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) ve *Escherichia coli* (*E. coli*) Sayısının Belirlenmesi

dNF öncesi (seri dilüsyonlar) ve sonrası numunelerde toplam HAB ve *E. coli* sayımları Bölüm 3.5.1.1 ve 3.5.1.2'deki protokollere göre gerçekleştirilmiştir. Üç paralel ekim verilerinin ortalaması ve standart sapmaları hesaplanarak, 100 ml atıksudaki mikroplastiklere tutunan bakteri düzeyleri (KOB/100ml) belirlenmiştir.

Analiz prosedürü Şekil 3.12'de özetlenmiştir.



Şekil 3.12 Mikroplastiklere Tutunan Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) ve *E. coli* Düzeyinin Membran Filtrasyon Yöntemi ile Tayini

3.5.2.2 Birim Dönüşümleri, KOB/Adet Mikroplastik ve Logaritmik Hesaplamalar

Sentetik atıksuda 10-200 µm mikroplastikler (yeterli yüzey alanı sunan) bakteriyel kolonizasyon için dikkate alınmış; ≤1 µm partiküller biyofilm oluşumuna uygun olmadığından hesaplamalarda hariç tutulmuştur (Zhang vd., 2022). Her sistemde mikroplastik başına yaklaşık bakteri düzeyi (≈ KOB/adet MP), 100 ml numune için denklem 3.3 ile hesaplanmıştır.

$$\approx \text{KOB/adet MP} = \frac{\text{Toplam Bakteri (KOB)}}{\text{Toplam Mikroplastik Adedi (adet MP)}} \quad (3.3)$$

APHA (2017) standartlarına göre KOB/100ml olarak ölçülen bakteri düzeyleri, karşılaştırma ve grafiklerde birim tutarlılığı için 100'e bölünerek KOB/ml'ye dönüştürülmüş; logaritmik hesaplamalar bu birimle yapılmıştır.

Reaktör X (sentetik) ve Konvansiyonel/MBR (gerçek) atıksularındaki serbest/MP bağlı *E. coli* ve HAB giderim verimleri (%), dNF sistemi giriş-çıkış değerleri kullanılarak denklem 3.4 ile hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Giderim} = \left(1 - \frac{\text{dNF Sonrası Bakteri Düzeyi (KOB/ml)}}{\text{dNF Öncesi Bakteri Düzeyi (KOB/ml)}} \right) \times 100 \quad (3.4)$$

Giderim verimlerindeki hata yayılımları, giriş (A) ve çıkış (B) KOB değerlerinin standart sapmaları (±SD) kullanılarak hesaplanmıştır. Her ölçüm noktasında üç paralel ölçüm yapılmış olup, hata payı olarak standart sapma (±SD) kullanılmıştır. Bu yaklaşım, su ve atıksu analizlerinde deneysel belirsizliklerin değerlendirilmesi için APHA (2017, Böl. 1030B.8b-c) ile Taylor (2019)'un karesel toplam yöntemine (denklem 3.5) uygun gerçekleştirilmiştir.

$$\Delta \%G = \sqrt{\left(\frac{\Delta A}{A}\right)^2 + \left(\frac{\Delta B}{B}\right)^2} \times 100 \quad (3.5)$$

A: Önceki filtre basamağındaki KOB değeri,

B: Mevcut filtre basamağındaki KOB değeri,

ΔA ve ΔB: İlgili hata payları (standart sapmaları)

Logaritmik dönüşümündeki standart sapma, KOB değerlerinin logaritmik belirsizliğini değerlendirmek için denklem 3.6 ile hesaplanmıştır ($\log_{10}$ tabanlı)."

$$\Delta(\log_{10} B) = \frac{\Delta B}{B \cdot \ln(10)} \quad (3.6)$$

ΔB : KOB değerinin standart sapması,

B: Ölçülen KOB değerinin ortalaması,

$\ln(10)$: ≈ 2.3026

Bu formül, logaritmik dönüşümlerde hata yayılımı prensiplerine dayanır ve Bevington ve Robinson (2003) ile APHA (2017) standartlarıyla uyumludur. Logaritmik ölçeklendirme, düşük ve yüksek değerlerin karşılaştırılabilir sunumunu sağlar.

Bakteri logaritmik azalması, denklem (3.7) ile hesaplanmıştır (APHA, 2017).

$$\text{Log Giderim} = \log_{10}(\text{dNF Önce}) - \log_{10}(\text{dNF Sonra}) \quad (3.7)$$

3.5.3 Farklı Filtreler Kullanılarak Mikroplastiklere Tutan Bakteri Düzeyinin Belirlenmesi

Sentetik atıksu (Reaktör X), konvansiyonel evsel atıksu ve ileri MBR atıksu numuneleri, laboratuvar ölçekli çok katmanlı dNF sisteminden geçirilerek, MP yüzeyindeki toplam HAB ve *E. coli* seviyeleri üç tekrarlı olarak analiz edilmiştir. Bakteriyolojik sonuçlar, dNF öncesi ve sonrası karşılaştırılarak, farklı por çaplı filtrelerdeki % giderim verimliliği denklem (3.8) ile hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Giderim} = \left(1 - \frac{\text{Son Filtre Bakteri Düzeyi (KOB/100 ml)}}{\text{İlk Filtre Bakteri Düzeyi (KOB/100 ml)}} \right) \times 100 \quad (3.8)$$

Farklı filtre çalışmalarında sadece membran filtrasyon yöntemi uygulandığı için orijinal birim (KOB/100 ml) kullanılmış ve $\log_{10}$ dönüşümleri KOB/100ml üzerinden yapılmıştır.

Giderim yüzdelilerindeki hata yayılımları ve logaritmik ölçekteki standart sapma hesaplamaları için Bölüm 3.5.2.2'deki denklemler [(3.5), (3.6)] kullanılmıştır.

Kademeli filtrasyon sonucu, her bir filtre öncesi ve sonrası bakteri düzeylerinin logaritmik azalma miktarını (KOB/100 ml) hesaplamak için aşağıdaki denklem (3.9) kullanılmıştır (APHA, 2017).

$$\text{Log Giderim} = \log_{10}(\text{İlk Filtre Düzeyi}) - \log_{10}(\text{Son Filtre Düzeyi}) \quad (3.9)$$

Bu çalışmada, her atıksu sisteminin ilk numune noktası için referans değer olarak 0,45 µm por açıklıklı selüloz nitrat filtre (Sartorius, t₀) kullanılmıştır. Bu yöntem, benzer çalışmalarda da referans alınmıştır (Wcisło ve Chróst, 2000; Çiftçi Türetken ve diğ., 2020). t₀ değerleri, harici bir kontrol grubu yerine sistemin kendi iç dinamikleri baz alınarak belirlenmiştir.

Filtrasyon işlemleri çeker ocak temizlendikten sonra, ateş eşliğinde aseptik şartlarda gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.12) (APHA, 2017). Kontaminasyonu engellemek için süzme setinin ve numuneler için kullanılan tüm erlenlerin ağzı alüminyum folyo ile kapatılmıştır. Tüm cam ve metal malzemeler 0,2 µm'lik steril ultra saf suyla üç kez yıkanmış (Masura ve diğ., 2015), her filtrasyon sonrası vakum seti aynı steril su ile temizlenmiştir.

dNF öncesi atıksu örnekleri, Bölüm 3.5.2'de belirtilen protokoller izlenerek 1,6 µm, 1 µm, 0,7 µm, 0,45 µm ve 0,2 µm por boyutlarında membran filtrelerle üç tekrarlı süzölmüş (Şekil 3.13); dNF sonrası örnekler ise seyreltilmeden 100 ml hacminde filtre edilmiştir. Kullanılan filtrelerin teknik özellikleri Tablo 3.9'da özetlenmiştir.



Şekil 3.13 Kabin İçinde Gerçekleştirilen Çeşitli Por Açıklığına Sahip (1 µm Yakın Üst ve Altı) Filtreler ile Filtreleme İşlemlerinden Bir Görünüm.

Tablo 3.9 Atıksulardaki Mikroplastiklere Bağlı Bakterilerin İncelenmesi İçin Kullanılan Çeşitli Boyutlardaki Filtre Malzemeleri

Malzeme Adı	Teknik Özellik	Marka - Ürün Kodu
Filtre 1,6 mikron GF/A Cam Daire, 47mm	GF/A Cam Daire, 47mm,	Millipore, APFA 04700
Filtre 1 mikron GF/B, Cam daire, 47mm	Filtre, Cam, daire, GF/B, 47mm	Millipore APFB 04700
Filtre 0,7 mikron GF/F Cam Mikrofiber 47 mm	GF/F Cam Mikrofiber 47 mm	Millipore, APFF 04700
Filtre 0,45 mikron, Naylon, Beyaz düz, 47mm	Naylon, Beyaz Düz, 0.45µm 47mm	Millipore HNWP 04700
Filtre 0,2 mikron, Naylon, Beyaz düz, 47mm	Naylon, Beyaz düz, 0.2µm 47mm	Millipore GNWP 04700

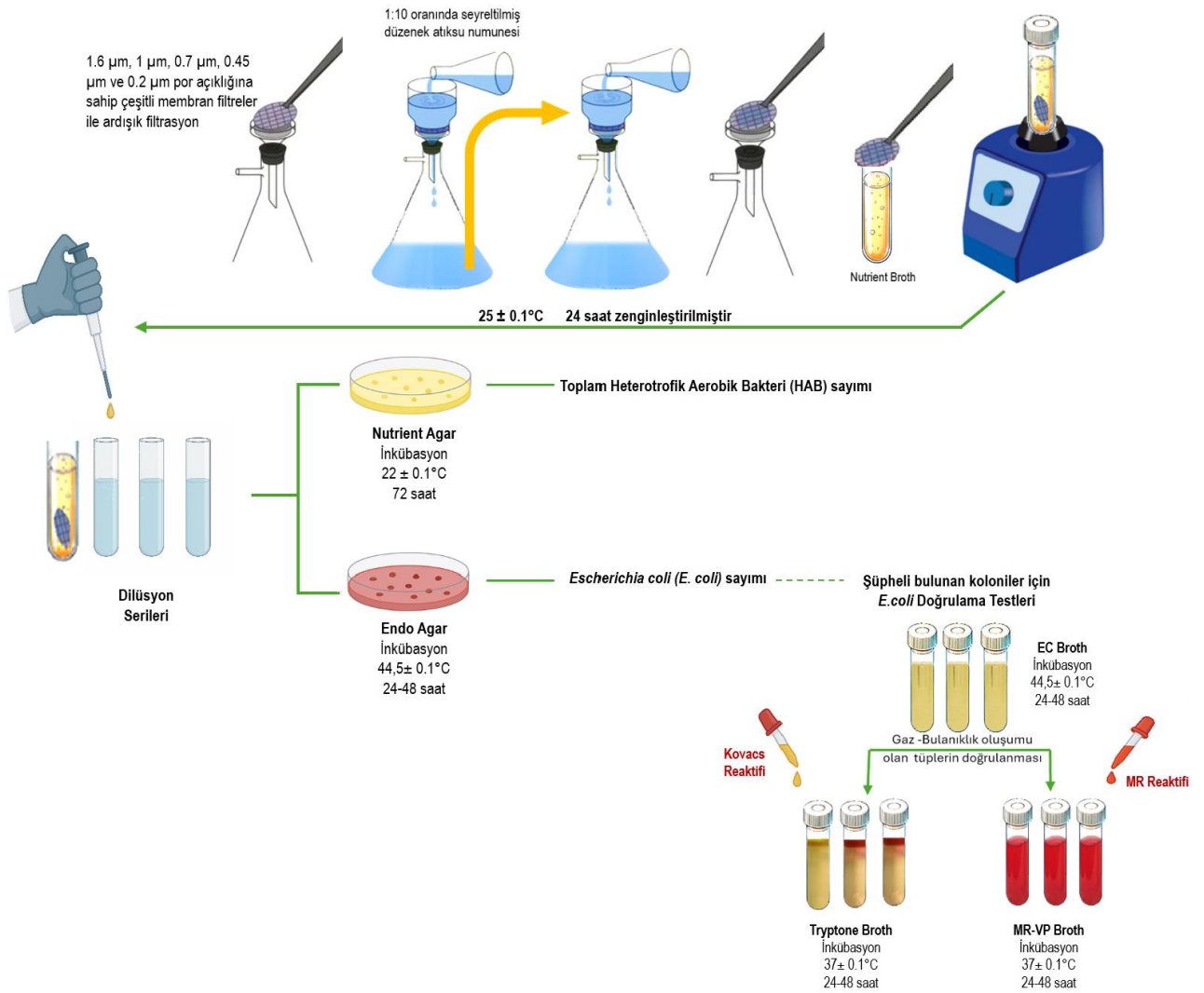
3.5.3.1 Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) ve *Escherichia coli* (*E. coli*) Sayısının Belirlenmesi

dNF öncesi (seri dilüsyonlar) ve sonrası numunelerde toplam HAB ve *E. coli* sayımları Bölüm 3.5.1.1 ve 3.5.1.2'deki protokollere göre gerçekleştirilmiştir. Üç paralel ekim verilerinin ortalaması ve standart sapmaları hesaplanarak, 100 ml atıksudaki mikroplastiklere tutunan bakteri düzeyleri (KOB/100ml) belirlenmiştir.

Çalışmalarda Filtre Seçimine Yönelik Süreçler

Çeşitli filtre denemeleri sonucunda, atıksu numunelerinin direkt 0,2 µm por açıklığına sahip membran filtreden geçirildiğinde, filtrenin tıkanmadan çalışabildiği belirlenmiştir. Pivokonsky ve diğ., (2020); Mintenig ve diğ., (2019); Shen ve diğ., (2021) atıksudaki küçük boyutlu (<20 µm) mikroplastik çalışmalarında da 0,2 µm por açıklığına sahip membran filtreler kullanmıştır. Bu sebeple, Mikro – Raman çalışmalarında mikro ve nanoplastiklerin görüntülenebilmesi için bu filtre boyutu ile çalışılmıştır.

Farklı filtreler kullanılarak mikroplastiklere tutunan bakteri düzeylerinin belirlenmesi amacıyla atıksulardaki mikroplastiklere tutunan *E. coli* ve HAB düzeyinin membran filtrasyon yöntemi ile tayini için izlenen aşamalar Şekil 3.14'te gösterilmektedir.



Şekil 3.14 Kademeli Membran Filtrasyon Sonrası Mikroplastiklere Tutunan Toplam Heterotrofik Aerobik Bakteri (HAB) ve *E. coli* Sayılarının Belirlenmesi

3.6 ATIK SUDA MİKRO VE NANOPLASTİKLERİN ANALİZİ

3.6.1 Alan Emisyonlu Taramalı Elektron Mikroskobu (FE-SEM) ile Mikroplastiklere Bağlı Bakteri Görüntüleme

Çok katmanlı nanofiltrasyon laboratuvar pilot sistemi (dNF 40) öncesi ve sonrasında ReaktörX sentetik evsel atıksuda, konvansiyonel ve MBR ileri arıtım teknolojisine sahip evsel atıksu arıtma tesisi deşarj atıksu numunelerinde mikroplastik-bakteri etkileşimlerini incelemek için, 0,45 µm selüloz nitrat membran filtreler (Sartorius) ile ön filtrasyon yapılmıştır. FE-SEM analizlerinde hücre morfolojisini korumak amacıyla glutaraldehit bazlı fiksasyon protokolü

uygulanmıştır (Bölüm 3.6.1.1). Bu yöntem, vakum kaynaklı hücre deformasyonlarını önleyerek doğal yapının korunmasını sağlamıştır (Campanac ve diğ., 2002).

3.6.1.1 Bakteri Hücresi Fiksasyonu

Bakteri hücrelerinin FE-SEM analizi ile doğal yapısını koruyarak incelenebilmesi amacıyla, aşağıda belirtilen fiksasyon ve dehidrasyon protokolü ARUM (2023) tarafından önerilen adımlar temel alınarak uygulanmıştır. Protokol, literatürdeki glutaraldehit tabanlı fiksasyon ve etanol dehidrasyon yöntemleri (Golding ve diğ., 2016; Nikara ve diğ., 2020; Czerwińska-Główka ve Krukiewicz, 2021) ile uyumlu olacak şekilde optimize edilmiştir:

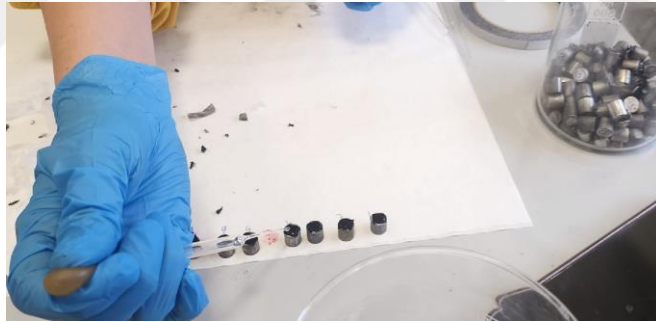
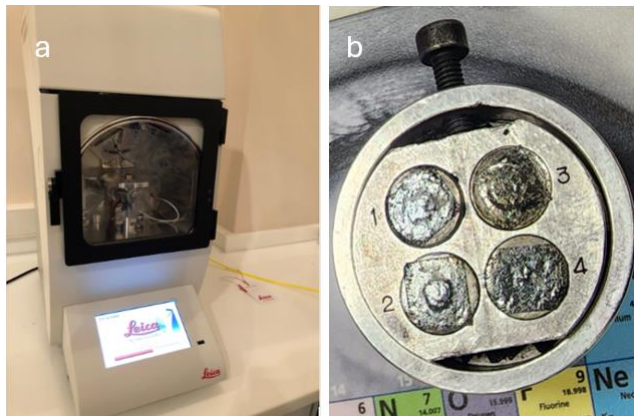
Fiksatif : %2,5 glutaraldehit (0,1 M fosfat tamponlu, pH 7,4).

1. Filtrasyon sonrası filtreler nütrient broth içerisine aktarılıp, 1 dakika boyunca vorteks ile karıştırıldı, ardından filtreler broth içerisinden çıkartıldı.
2. Nütrient Broth besi yeri içerisinde kalan mikroplastiklere bağlı bakteriler, 3000 rpm hızında 5 dakika süreyle santrifüjlenerek çöktürülmüştür (Nguyen ve Harbison, 2017; ARUM, 2023)
3. Santrifüjleme işlemi sonrasında, üst sıvı faz pipetlenerek dikkatlice uzaklaştırılmış ve numunelerin üzerini örtecek şekilde (1-2 ml) hazırlanan fiksatif solüsyonu eklenmiştir. Örnekler, maksimum 24 saat boyunca +4°C’de bekletilmiştir (ARUM, 2023).
4. Fiksasyon süresinin tamamlanmasının ardından, numuneler yeniden santrifüjlenmiş ve üst fazdaki glutaraldehit içeren fosfat tamponu çözelti, pipet yardımıyla dikkatlice uzaklaştırılmıştır (ARUM, 2023).
5. Bunu takiben, numuneler iki kez fosfat tamponu ile yıkanmıştır. Her yıkama aşamasında, örnekler +4°C’de 10 dakika bekletilmiş, ardından santrifüjleme işlemi uygulanarak üst faz uzaklaştırılmıştır (Campanac ve diğ., 2002; ARUM, 2023).
6. Bakteri hücrelerinin dehidrasyonu, artan etanol konsantrasyonları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu kapsamda numuneler Tablo 3.10’da gösterildiği şekilde, sırasıyla % 30, % 50, % 70, % 90 ve % 100 etanol çözeltileri ile ardışık yıkamalara tabi tutulmuştur (Koon ve diğ., 2019; ARUM, 2023). Etanol miktarı, çökelmiş hücreleri tamamen örtecek düzeyde, numune hacminin yaklaşık iki katı kadar eklenmiştir (ARUM, 2023).

Tablo 3.10 Bakteri Hücrelerinin Dehidrasyonu İçin Artan Etanol Konsantrasyonları (ARUM, 2023)

Etanol Miktarı	Tekrar	Bekletme Süresi/ Şartı	İşlem
%30 Etanol eklenir	1 kez	10 dk, +4°C'de bekletilir	Santrifüj edilir (3000 rpm, 5 dk), üst faz pipetle uzaklaştırılır.
%50 Etanol eklenir	1 kez	10 dk, +4°C'de bekletilir	Santrifüj edilir (3000 rpm, 5 dk), üst faz pipetle uzaklaştırılır.
%70 Etanol eklenir	1 kez	10 dk, +4°C'de bekletilir	Santrifüj edilir (3000 rpm, 5 dk), üst faz pipetle uzaklaştırılır.
%90 Etanol eklenir	1 kez	10 dk, +4°C'de bekletilir	Santrifüj edilir (3000 rpm, 5 dk), üst faz pipetle uzaklaştırılır.
%100 Etanol eklenir	1 kez	10 dk, +4°C'de bekletilir	Santrifüj edilir (3000 rpm, 5 dk), üst faz pipetle uzaklaştırılır.

Fiksasyon işlemi tamamlanan numuneler, örnek tablalarına yerleştirilen karbon bantlar üzerine damlatılmış ve oda sıcaklığında, üzerleri alüminyum folyo ile örtülerek kurutulmaya bırakılmıştır (Şekil 3.15) (Campanac ve diğ., 2002). Numunelerin iletkenliğinin artırılabilmesi için Leica EM ACE600 kaplama cihazı ile altın/ paladyum (Au/Pd) ile kaplama işlemi de yapılmıştır (Şekil 3.16).

**Şekil 3.15** Fiksasyonu Tamamlanmış Numuneler, Elektron Mikroskobu Örnek Tablasına Karbon Bantları Üzerine Yerleştirilip Kurutulmuştur**Şekil 3.16** (a) Leica EM ACE600 Marka Kaplama Cihazı, (b) Kurutulmuş ve Altın/Palladyum (Au/Pd) ile Kaplanmış Örnekler, FE-SEM Cihazına Yerleştirilmiştir.

Kaplama uygulanan örnekler, soğuk alan emisyonlu elektron tabancasına sahip Hitachi Regulus 8230 model FE-SEM cihazı kullanılarak, tüm görüntülemeleri 10.0 kV hızlandırma voltajı ve değişken büyütme oranları (30x, 400x, 500x, 1000x, 5000x, 10.000x, 50.000x) kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.17).



Şekil 3.17 Hitachi Regulus 8230 Marka/Model Taramalı Elektron Mikroskobu (FE-SEM; ARUM, 2023)

3.6.2 Fenton Yöntemi ile Atıksu Numunelerinden Organik Madde Giderimi

Denemelerde kullanılan atıksu numunelerinde, şekil ve yapı olarak mikro ve nanoplastiklere (MNP) benzeyen elementlerin bulunması, analitik sonuçların yanlış yorumlanmasına yol açabilir. Bu nedenle, mikro-Raman analizleri sırasında girişim yapabilecek maddelerin ortadan kaldırılması için bir ön arıtma süreci uygulamak gereklidir. Bu bağlamda, organik maddeler en önemli müdahale faktörünü oluşturmaktadır ve süreçte ilk aşamalarda bu maddelerin uzaklaştırılması gerekmektedir.

Daha önce bu konuda yapılmış çalışmalar, organik maddeyi su numunelerinden uzaklaştırmada en yaygın kullanılan yöntemlerin kimyasal oksidasyon ve enzimatik yöntemler olduğunu ortaya koymaktadır (Munno ve diğ., 2017; Löder ve diğ., 2017). Enzimatik süreçlerde genellikle amilaz, proteaz, lipaz ve selüloz kullanılmaktadır. Bununla birlikte, her bir enzimatik adım (protein, lipit, selüloz giderimi) genellikle 48-72 saat gerektirirken (Löder ve 2017), birden fazla enzim kullanımı (amilaz, proteaz, lipaz, selüloz) toplam süreyi 1-2 haftaya çıkartabilir (Primpke ve diğ., 2020).

Enzimatik uzaklaştırma yöntemlerine kıyasla, kimyasal uzaklaştırma (oksidasyon) yöntemleri literatürde daha yaygındır. Kimyasal oksidasyon süreçlerinde, Fenton oksidasyonu ile 30%

hidrojen peroksit (H_2O_2) ve Fe (II) kullanılarak ısıtıl işlem uygulanmaktadır. Bu yöntem, Ulusal Okyanus ve Atmosfer İdaresi (NOAA) Deniz Kirliliği Programı tarafından su, sediment ve su ürünlerinden mikroplastiklerin ayrılması için önerilen bir yöntem olarak tanımlanmış ve pek çok yayında uygulanmıştır. Ayrıca, potasyum hidroksit (KOH) ve H_2O_2 'nin organik maddeyi ortadan kaldırmak için tek başına ya da kombinasyon halinde kullanıldığı bazı çalışmalar da mevcuttur, ancak bu yöntem yaygın değildir (Munno ve diğ., 2017).

Literatürde mikro ve nanoplastik analizlerinde organik madde giderimi amacıyla uygulanan hidrojen peroksit ve Fe (II) bazlı kimyasal oksidasyon yöntemleri, “Islak Oksidasyon İşlemi (WPO)” veya “Fenton oksidasyonu” olarak tanımlanmaktadır (Masura ve diğ., 2015; Munno ve diğ., 2017). Bu çalışmada, ilgili yöntem “Fenton yöntemi” olarak anılmıştır.

Uygulanan tüm yöntemlerin ortak amacı, mikro ve nanoplastiklerin tespitini zorlaştırabilecek organik maddeleri gidererek belirlenmelerini kolaylaştırmak ve bu süreçte mikro ve nanoplastiklerin yapısında herhangi bir bozulmaya neden olmamaktır. Fenton reaktifleri ile (H_2O_2 ve $FeSO_4 \cdot 7H_2O$) organik maddelerin eliminasyonu yüksek verimlilik ile sağlanırken, numune içindeki mikroplastiklerin yapısı üzerinde ihmal edilebilir derecede etkisi mevcuttur. (Lares ve diğ., 2018; Munno ve diğ., 2017).

Bununla birlikte, Fenton oksidasyonu için birçok literatürde yapılan çalışmada reaksiyon hızını yükseltmek için yüksek sıcaklıklarda ($>75^\circ C$) çoğunlukla 30 dakika boyunca ısıtma tercih edilmiştir (Masura ve diğ., 2015; Anderson ve diğ., 2017). Munno ve diğ. 2018 yılında, gerçekleştirdiği çalışmada $60^\circ C$ ve üzeri sıcaklıklardaki oksidasyon yöntemlerinde mikroplastik kayıplarının yaşandığını ortaya koymuş, $60^\circ C$ üzeri sıcaklıklara çıkılmaması tavsiye edilmiştir (Ayrıca, poliakrilat (PA) and polivinil klorür (PVC) ve polisteren (PS) gibi mikroplastiklerin, yüksek sıcaklarda eriyebildiği ve kaybedilebildiği daha önceki yapılan çalışmalara ait yayınlardan görülmüştür (Munno ve diğ., 2017).

Bu çalışmada, atıksu numunelerindeki organik maddelerin giderimi amacıyla, literatürde yaygın olarak kullanılan Fenton yöntemi ($FeSO_4 + H_2O_2$) uygulanmıştır (Protokol-1 = Yön1). Buna ek olarak, klasik Fenton yöntemine paralel olarak, ilgili kimyasalların paralel numunelere eklenmesinin ardından sadece oda sıcaklığında bekletilerek uygulaması da gerçekleştirilmiştir (Protokol-2 = Yön 2) (Prajapati ve diğ., 2021). Bu yaklaşımın, numuneler içindeki olası mikro ve nanoplastiklere kimyasalların daha az zarar vereceği düşünülmüştür. Bilindiği üzere, Fenton

yönteminde hidroksil (OH) radikalleri oluşturulmakta ve bu güçlü oksidanlar, numunede bulunabilecek organik maddelerin bertarafını sağlamaktadır. Her iki protokol incelenmiş ve elde edilen sonuçların karşılaştırması yapılmıştır.

ReaktörX - evsel sentetik evsel atıksu, konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarj atıksuyu ve membran biyoreaktör (MBR) teknoloji ile ileri atıksu arıtma tesisi deşarj suları, laboratuvar ölçekli çok katmanlı nanofiltrasyon (dNF) sistemine tabi tutulmadan önce, eklenen kimyasalların mikro-nano plastikleri bozma potansiyelini değerlendirmek amacıyla analiz edilmiştir. Bu kapsamda, her bir atıksu tipi için ısıtmalı (60°C) ve ısıtmasız koşullarda hazırlanan ikişer referans numune (Ref 1- kimyasalsız ve Ref 2- kimyasallı), belirlenen analiz protokolleri doğrultusunda sonuçları incelenmiştir.

Laboratuvar ölçekli çok katmanlı direkt nanofiltrasyon (dNF40) pilotu, sistemden geçirilen atıksu numunelerindeki organik maddeyi tamamen tuttuğundan, Fenton yöntemi uygulanmamıştır.

Fenton oksidasyonu için 250 ml olarak hazırlanan numuneler:

- Ref 1: 0,2 µm'lik rejenere selüloz filtreden geçirilmiş steril ultra saf su ve Sigma Aldrich firmasından temin edilen farklı boyutlarda polistiren (PS) mikro-nanoplastikler (0,055 µm, 100nm, 1 µm, 10 µm, 200 µm) içermektedir (Tablo 3.11). Ref 1 numunesine kimyasal ilavesi yapılmamış, ısıtma uygulanmamış ve yalnızca oda sıcaklığında beklemeye bırakılmıştır. Bu numune için iki adet tekrarlı set hazırlanmıştır.
- Ref 2: 0,2 µm'lik rejenere selüloz filtreden geçirilmiş steril ultra saf su ve Sigma Aldrich firmasından temin edilen farklı boyutlarda polistiren (PS) mikro-nanoplastikler (0,055 µm, 100nm, 1 µm, 10 µm, 200 µm) içermektedir (Tablo 3.11). Ayrıca, Ref 2'ye diğer atıksu örneklerine uygulanan Protokol 1 ve Protokol 2 ayrı ayrı uygulanmıştır. Her protokol için iki adet tekrarlı set hazırlanmıştır.
- Konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarj atıksudan, laboratuvar ölçekli çok katmanlı nanofiltrasyon sistemi öncesinde numune alınmış, Protokol 1 ve Protokol 2 ayrı ayrı uygulanmıştır. Protokol 1 kapsamında naylon ve rejenere selüloz filtre karşılaştırmasında her biri için iki adet tekrarlı set hazırlanmıştır. Protokol 2 için ise sadece iki adet tekrarlı set hazırlanmıştır.

- MBR teknolojili ileri evsel atıksu arıtma tesisi deşarj atıksudan, laboratuvar ölçekli çok katmanlı nanofiltrasyon sistemi öncesinde numune alınmış, Protokol 1 ve Protokol 2 ayrı ayrı uygulanmıştır Protokol 1 kapsamında naylon ve rejenere selüloz filtre karşılaştırmasında her biri için iki adet tekrarlı set hazırlanmıştır. Protokol 2 için ise sadece iki adet tekrarlı set hazırlanmıştır.
- Reaktör X sentetik atıksu laboratuvar ölçekli çok katmanlı nanofiltrasyon sistemi öncesinde numune alınmış, Protokol 1 ve Protokol 2 ayrı ayrı uygulanmıştır. Her bir Protokol için iki tekrarlı set hazırlanmıştır.
- Kontaminasyon kontrolü ve temizlik amacıyla deneylerde kullanılan steril ultrasaf su için, Protokol 1 (Yön1: Isıtmalı) hem naylon hem de rejenere selüloz filtrelerde iki tekrarlı olarak uygulanmıştır. Isıtma kaynaklı potansiyel mikropplastik kayıplarını değerlendirmek amacıyla yalnızca Protokol 1'de ultrasaf su kontrolü yapılmış; oda sıcaklığında gerçekleştirilen Protokol 2 (Yön2) için ek kontrol çalışması yapılmamıştır.

Tablo 3.11 Ref-1 ve Ref-2 Numuneleri İçine İlave Edilen Mikro/Nano Plastik (Sigma Aldrich) Boyutları ve Mililitredeki Partikül Adedi

Partikül Boyut	Partikül/ ml (Sigma Alrich, Ticari üründe)	250ml'lik Ref-1 ve Ref-2 Ultra Saf Suyuna İlave Edilen Partikül	250ml'lik Ref-1 ve Ref-2 Ultra Saf Su İçindeki partikül/ml
0.055 μm	1.098×10^{15}	1000 μL 'lik mikropipet ile 1.098×10^{15}	43.9×10^{11}
100 nm	7.9×10^{13}	1000 μL 'lik mikropipet ile 7.9×10^{13}	3.16×10^{11}
1 μm	1.8×10^{11}	1000 μL 'lik mikropipet ile 1.8×10^{11}	7.2×10^8
10 μm	1.8×10^8	1000 μL 'lik mikropipet ile 1.8×10^8	7.2×10^7
200 μm	2.3×10^4	1000 μL 'luk mikropipet ile 2.3×10^4	92 adet

Mikro-Raman Spektroskopisi Öncesinde Organik Madde Giderimi için Uygulanan Protokoller:

1. Protokol (Yön 1): 0.05M Fe(II) Solüsyonu + %30 H₂O₂ (Isıtmalı)

Örnek hazırlama ve ekstraksiyon sırasında, 7.5 g FeSO₄·7H₂O (Demir (II) sülfat heptahidrat, 278.02 g/mol) 500 mL 0.2 μm filtrelenmiş saf suya çözülerek 0.05 M Fe (II) çözeltisi hazırlanmıştır. pH değeri 3'ün altına ayarlamak için 3 mL konsantre sülfürik asit eklenmiştir. Ardından, hazırlanan Fe (II) çözeltisinden 20 mL 0.25 L atık su örneklerine eklenmiş ve üzerine 20 mL %30 H₂O₂ ilave edilmiştir (Munno ve diğ., 2017).

Karıştırma işlemi, manyetik bir karıştırıcı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yeterli karışım sağlandıktan sonra, karıştırıcı metal çubuk erlenden çıkarılmış ve ısıtma işlemine başlanmıştır. Bu önlem, 60°C'de ısıtma sırasında metal karıştırıcı çubuğunun çevredeki sudan daha yüksek bir sıcaklığa ulaşarak mikro-nanoplastiklerin erimesine neden olabileceğinden alınmıştır (Munno ve diğ., 2017). Isıtma işlemi SCIOLOGEX MS-H-S ısıtıcılı manyetik karıştırıcıda karıştırma çubuğu olmadan yapılmıştır. Sıcaklık kontrolü, erlene yerleştirilen iki termometre ile izlenmiştir. Sıcaklık 60°C'ye ulaştığında, erlen ısıtıcıdan alınmış, üstü alüminyum folyo ile kaplanarak üç gün oda sıcaklığında soğumaya bırakılmıştır.

2. Protokol (Yön 2): $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + %30 H_2O_2 (Isıtmasız)

250ml'lik numunelere <pH 3 olacak şekilde 2 ml konsantre sülfürik asit ilavesi yapılmıştır. Ardından, Fenton oksidasyonu için gerekli Fenton reaktifleri, Prajapati ve diğ.(2021) çalışmalarında belirtilen miktarlardan uyarlanarak eklenmiştir:

- 0,5 gr $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ direkt numunelere eklenmiştir ve manyetik karıştırıcı üzerinde homojenizasyon sağlanmıştır.
- Her bir numuneye 15ml hidrojen peroksit (H_2O_2) eklenmiştir (Prajapati ve diğ., 2021).

Numunelerin üstü alüminyum folyo ile kaplanarak oda sıcaklığında üç gün bekletilmiştir.

Protokol 1 (Yön 1) uygulanan numunelere ve 60°C'ye ısıtma anına ait görseller Şekil 3.18 ve Şekil 3.19'da gösterilmektedir. Ayrıca, Şekil 3.20'de Protokol 2 (Yön 2) uygulanan numunelere ait görsel sunulmuştur.



Şekil 3.18 Protokol 1 (Yön1) İçin Hazırlanan Numuneler



Şekil 3.19 Protokol-1 0.05M Fe (II) Solüsyonu + %30 H₂O₂ Eklenen Numunenin 60°C'ye Isıtılması.



Şekil 3.20 Protokol 2 (Yön 2) İçin Hazırlanan Numuneler

Üç gün sonunda, ısıtmalı Fenton işlemi uygulanan (Yön1) tüm atıksu numunelerinin dip kısmında yoğun olmayan, turuncu renkli bir tortu oluşumu gözlemlenirken, ısıtma yapılmayan (Yön2) numunelerde herhangi bir çökeltme tespit edilmemiştir. Bu doğrultuda, Yön1, Yön2 ve Referans (Ref1 ve Ref 2) numunelerinin üst fazından (süpernatant) 0,25 L atıksu ileri incelemeler için alınmıştır.

Bununla birlikte, Protokol 1 (Yön1)'de uygulanan kimyasallar ile birlikte ısıtma işleminin, sentetik atıksu numuneleri içerisine eklenen mikroplastiklere bir zarar verip vermediğini incelemek amacıyla, Fenton yöntemi hiç uygulanmamış Ref-1 numunesi ve Fenton yöntemi Protokol 1 (Yön1) uygulanmış Ref2 numunesi, 0,2 µm gözenek açıklığına sahip rejenere selüloz filtreler (Millipore, GNWP 04700, çap 47 mm) kullanılarak filtrelenmiş, ardından cam Petri kaplarına alınarak alüminyum folyoya sarılmış ve 24 saat boyunca 30°C'de etüvde kurutulmuştur. Ref-1 ve Protokol-2 (Yön-2) numuneleri, SOIF BK 5000 Trinoküler Laboratuvar Mikroskobu ile 400x büyütmede incelenmiş ve Mshot MD90 (9.0 MP) kamera sistemi ile görüntülenmiştir. Protokol-1 (Yön-1) numunesi ise, Jasco NRS-3100 Mikro-Raman cihazının bütünleşmiş optik mikroskobu kullanılarak, 20x büyütmede görüntülenmiştir. Bu numuneye ait sadece optik mikroskobik görüntü elde edilmiş olup, Raman spektral analizi gerçekleştirilmemiştir.

dNF sonrası numuneler ise, zaten ileri membran filtrasyon ile organik madde içeriği büyük oranda azaltılmış olduğundan, Fenton işlemine gerek duyulmaksızın doğrudan 0,2 µm filtreleme ile mikro-Raman analizine hazırlanmıştır (Ophorst, 2024).

Atıksu numunelerinin Fenton protokolleri öncesi ve sonrası değerleri için organik madde konsantrasyonu giderimi aşağıdaki denklemle (3.10) hesaplanmıştır:

$$\text{KOI Giderimi \%} = \left(1 - \frac{\text{Fenton Sonrası KOI (mg/L)}}{\text{Fenton Öncesi KOI (mg/L)}} \right) \times 100 \quad (3.10)$$

Bu çalışmada, yüksek yoğunluklu mikro-nanoplastiklerin çözelti içinde askıda kalmak yerine dibe çökme olasılığını engellemek amacıyla yoğunluk farkına dayalı ayırımı prosedür dışı bırakılmıştır (Hidalgo-Ruz ve diğ., 2012; Lares ve diğ., 2018). Yoğunluk ayırımı, mikroplastiklerin ayrılmasında yaygın olarak kullanılsa da özellikle atıksu numunelerinde sıklıkla rastlanılan PET gibi polimerlerin yoğunluğu (1,37- 1,45 g/cm³) olmasından dolayı, dibe çökebilir. Bu durum, mikroplastik analiz sonuçlarında hataya sebebiyet verebilir (Lares ve diğ., 2018; Bretas Alvim ve diğ., 2020; Koyuncuoğlu, 2021).

3.6.3 Numune Parametrelerinin Kontrolü (KOİ, Bulanıklık, pH)

Çökelme işlemi sonrasında üst fazdan alınan numunelerin bulanıklık ölçümleri Lovibond TB250 WL cihazıyla, KOİ analizleri Lovibond CSB/COD termo-reaktörü ve MD 610 fotometre ile, pH değerleri ise Lange HQ40D çift kanallı multimetre kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

3.6.4 Nylon ve Rejenere Selüloz Membran Filtreler İle Filtrasyon

Bu çalışmada, hem mikro-Raman spektroskopisinin nanoplastik ve $<10\ \mu\text{m}$ boyutundaki mikroplastik partiküllerin görüntülenmesindeki uygulanabilirliğini test etmek, hem de literatürde halen kullanılmakta olan nylon membran filtrelerin plastik partiküllerin kimyasal karakterizasyonu üzerindeki yanıltıcı etkisini ortaya koymak amacıyla ek bir çalışma yürütülmüştür. Bu kapsamda, Fenton – Yön1 yöntemi ile organik madde giderimi uygulanan konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi ve membran biyoreaktör (MBR) teknolojisine sahip ileri evsel atıksu arıtma tesislerinden elde edilen deşarj suyu numuneleri ile kontrol grubu olarak boş şahit $0,20\ \mu\text{m}$ gözenek açıklığına sahip nylon filtre ve ultra saf su numuneleri ($0,25\ \text{L}$) analiz edilmiştir.

Numunelerin filtrasyonu için $0,20\ \mu\text{m}$ gözenek açıklığına sahip iki farklı membran filtre tipi kullanılmıştır: (1) Nylon membran filtreler (Millipore, GNWP 04700, çap $47\ \text{mm}$, filtrasyon alanı $\sim 1735\ \text{mm}^2$) ve (2) Rejenere selüloz (RC) membran filtreler (ISOLAB, çap $47\ \text{mm}$, filtrasyon alanı $\sim 1735\ \text{mm}^2$). Nylon filtreler ve RC membran filtreler ile yapılan filtrasyon işlemleri ise vakum altında iki tekrarlı olarak yürütülmüştür.

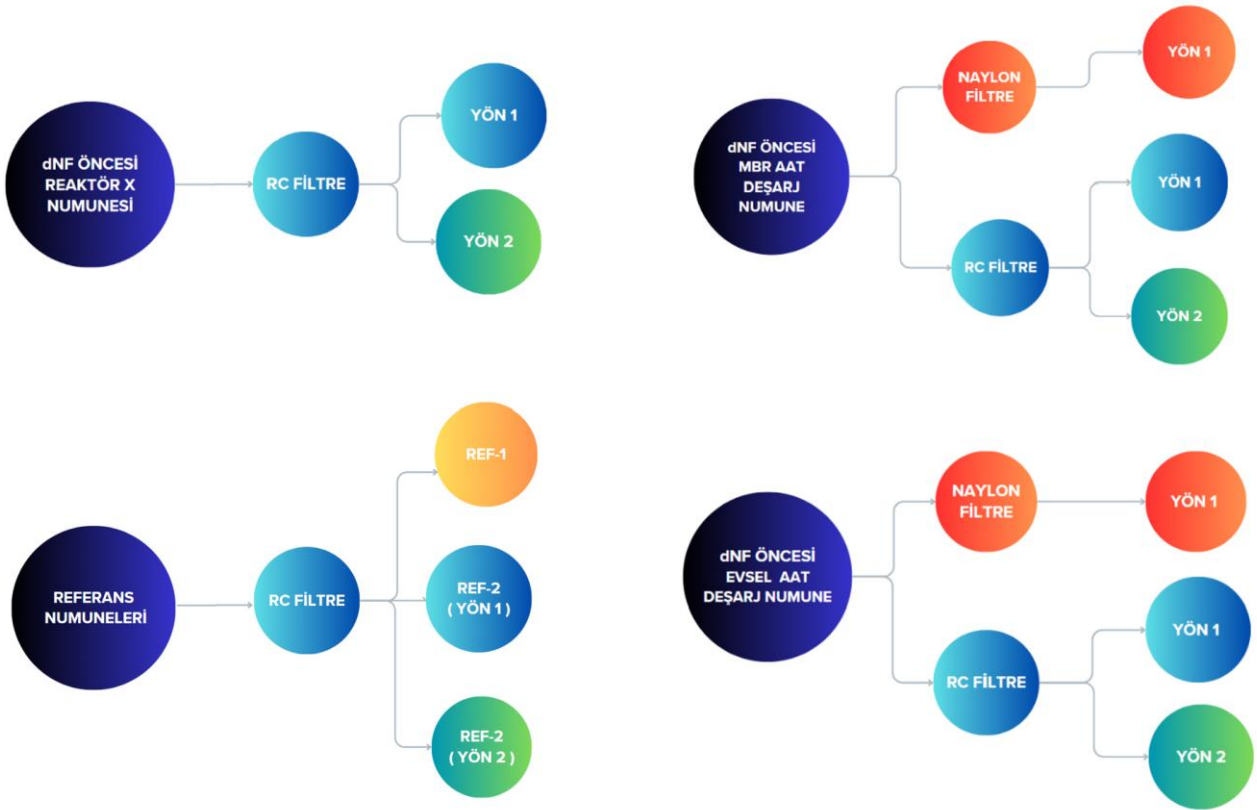
Bununla birlikte, Rejenere selüloz membran filtreler, yöntem çalışmasının temelini oluşturmuş ve tüm atıksu numuneleri bu filtreler üzerinden işlenmiştir. Filtrasyonu yapılan numuneler şunlardır:

- Referans 1 (Ref1),
- Referans 2 Yön1 (Fenton Yön1 uygulanan Ref2),
- Referans 2 Yön2 (Fenton Yön2 uygulanan Ref2),
- Fenton Yön1 uygulanmış ultra saf su numuneleri,

- Laboratuvar ölçekli çok katmanlı direkt nanofiltrasyon (dNF) pilotu öncesi Reaktör X sentetik atıksu, Konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarj atıksu (Konvansiyonel) ve İleri (MBR) evsel atıksu arıtma tesisi deşarj atıksu numuneleri,
- dNF sonrası Reaktör X, Konvansiyonel ve MBR sistemlerine ait numuneler ve kontrol grubu olarak ultra saf su numuneleri.

Filtrasyon işlemleri sonrasında, kontaminasyonu önlemek amacıyla tüm filtre membranları steril cam Petri kaplarına aktarılmış, alüminyum folyo ile kaplanmış ve 30°C’de 24 saat boyunca etüvde kurutularak mikro-Raman (μ -Raman) görüntüleme çalışmasına hazır hale getirilmiştir.

μ -Raman’da incelenen filtre örnekleri toplu olarak Şekil 3.21’de sunulmuştur.



Şekil 3.21 Mikro-Raman’da İncelenen Filtre Numuneleri



Şekil 3.21 (devam) Mikro-Raman’da İncelenen Filtre Numuneleri

3.6.5 Mikro-Raman Spektroskopisi ile Mikro ve Nanoplastiklerin Analizi

Literatürde, mikro-FTIR tekniklerinin optik sınırlamaları nedeniyle genellikle minimum 10–20 μm boyutundaki partiküllerde güvenilir sonuçlar verdiği, bu boyutun altındaki mikropplastiklerin tanımlanmasında ise sorunlar yaşandığı bildirilmiştir (Tagg ve diğ., 2015; Löder ve diğ., 2015). Daha küçük (örneğin 10 μm altı) mikro-nanoplastik partiküllerin analizi için, daha küçük parçacıkları ayırt edebilme kapasitesi yüksek ve kimyasal duyarlılık sunan mikro-Raman spektroskopisi tercih edilmektedir (Çelen Erdem ve diğ., 2024; Wang ve diğ., 2020; Gatidou ve diğ., 2018; Oßmann ve diğ., 2018; Pivokonsky ve diğ., 2018). Bu sebeple, çalışmamızda mikro-nanoplastiklerin kimyasal karakterizasyonu mikro-Raman spektroskopisi kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Yapılan ilk çalışmada Jasco NRS -3100 Model Mikro Raman Spektrometre ile Sigma Aldrich firmasından temin edilen farklı boyutlardaki ticari mikro ve nanoplastik (polistiren- PS) ve referans (Ref1 ve Ref2) numuneleri incelenmiştir. Sentetik atıksu (ReaktörX) ve gerçek atıksu numuneleri ve kontrol grubu (ultra saf su ve boş-şahit filtreler) için ise Horiba LabRAM Soleil Raman Mikro Spektroskopi cihazı (TUBİTAK -MAM, 2024) ile çalışma yapılmıştır.

Enstrüman kalibrasyonu üç aşamada gerçekleştirilmiştir: (1) kalibrasyon objektifi ile otomatik kalibrasyon, (2) kalibrasyon objektifi kullanılarak ölçüm ve (3) silikon referans malzemesi ile doğrulama. Kalibrasyon adımlarının tamamlanmasının ardından Raman ölçümlerine başlanmıştır. Numunelerde gözlemlenen yüksek floresans, mikro-nanoplastiklerin yoğun boya içeriğinden kaynaklanmış ve bu durumun önlenemez olduğu tespit edilmiştir.

Raman ölçümleri 532 nm dalga boyuna sahip lazer kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Numunenin özelliklerine bağlı olarak lazer gücü % 0,1 ile % 3,2 arasında değişen oranlarda uygulanmıştır. Ancak, % 5 ve üzeri lazer gücü seviyelerinde numunenin yanarak zarar gördüğü gözlemlenmiştir. Bu nedenle, malzemenin zarar görmesini engelleyecek en yüksek lazer gücü tercih edilerek ölçümler gerçekleştirilmiştir. Çalışmalar, ilk olarak 785 nm lazer (600 çizgi/mm kırınım ağı) ile sürdürülmüş, ancak %50 lazer gücü uygulanmasına rağmen anlamlı bir Raman spektrumu elde edilememiştir. %50'nin üzerinde lazer gücü uygulandığında ise numunenin yanarak bozulduğu tespit edilmiştir. Güç artışı numune hasarını şiddetlendirdiği için 532 nm lazer ile çalışmalara devam edilmiştir. Spektrumlar, 200 ve 3500 cm^{-1} dalga aralığında toplanmıştır.

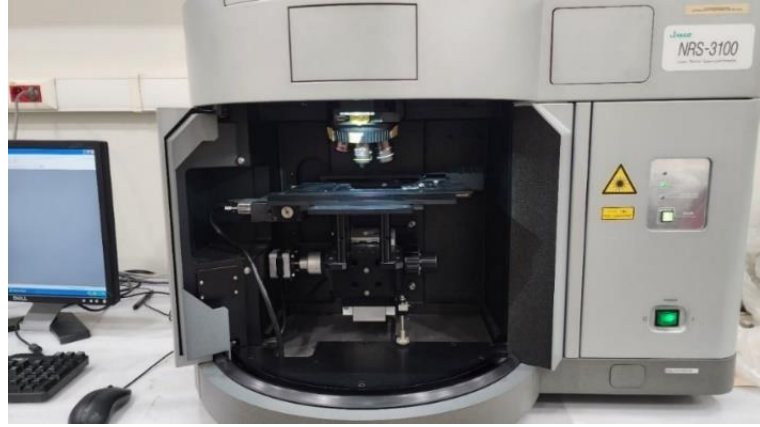
Şüpheli olarak seçilen mikro ve nanoplastiklerin boyutunu ve kimyasal karakterizasyonunu belirlemek amacıyla, 532 nm lazer ile yapılan ölçümlerde, lazer gücü düşük olmasına rağmen numuneye bağlı olarak (mikro ve nanoplastik) yüksek miktarda floresan etkisi gözlenmiştir. Bununla birlikte, floresan ve uzun pozlama (exposure time) sürelerinin kombinasyonu Raman spektrumlarında yüksek bir sinyal-gürültü oranı (SNR) ile sonuçlanmıştır. Bu sorunu gidermek amacıyla pozlama süresi ve birikim sayısı (accumulation) kademeli olarak artırılmış, ancak numunenin daha uzun süre lazer maruziyetine bağlı olarak yanarak zarar gördüğü gözlemlenmiştir. Floresansı yüksek olan Raman spektrumlarına taban çizgisi düzeltme (baseline correction) uygulanmış, ancak bu işlem sonrasında spektrum yoğunluğu (<1000) önemli ölçüde azalmış ve spektrumdaki gürültü seviyeleri artmıştır. Yüksek gürültüye sahip spektrumlar için yumuşatma (düzleştirme) denenmiş, ancak, sinyal/gürültü oranının yüksekliği nedeniyle veri manipülasyonu yapılmaktan kaçınmak için başka ayar yapılmamış ve gürültülü spektrumlar doğrudan raporlanmıştır.

Filtre yüzeyinin tamamında (1735 mm^2) $10 \mu\text{m}$ 'den küçük tüm partiküllerin tanımlanması, aşırı zaman, yüksek maliyet ve teknik güçlükler gerektirdiğinden, Imhof ve diğ. (2016), Oßmann ve

diğ. (2018), Schymanski ve diğ. (2018), Pivokonsky ve diğ.(2018) tarafından önerilen metodoloji doğrultusunda, mikro-nanoplastik (MNP) sayımları, noktasal örnekleme yaklaşımına uygun şekilde gerçekleştirilmiştir. Bu kapsamda, her biri 1,4 mm² alana sahip 5 rastgele seçilmiş görüş alanında sayımlar yapılmış ve böylece toplamda 7 mm²'lik bir yüzey alanı (5 x 1,4 mm²) taranmıştır. Ek olarak, filtre yüzeyindeki heterojen dağılımın ölçüm varyasyonları üzerindeki etkisini değerlendirmek ve metodun güvenilirliğini doğrulamak amacıyla, seçilen kritik numunelerde (yüksek floresan, düşük sinyal-gürültü oranı vb.) ikincil ölçümler (2. filtre tekrarı) gerçekleştirilmiştir. Bu ek veriler, ana veri setinin (5 bölge ortalaması) tutarlılığını desteklemek için kullanılmış olup, birincil sonuçlar ve uygulamaya dayalı alt raporlama eşiği (0,2 adet/1,4 mm²) hesaplamaları yalnızca birincil ölçümlere dayandırılmıştır. Bu beş bölgede yapılan ölçümler ana veri setimizi oluşturmuştur. Bununla birlikte, membran yüzeyindeki lokal partikül dağılımını temsil gücünü artırmak amacıyla, her bir görüş alanındaki yoğunluklar ayrı ayrı değerlendirilmiş; hesaplamalar 5 bölgedeki ortalama değer üzerinden adet/1,4 mm² cinsinden yapılmıştır. Çalışmalarda Leica 5x ile uzun mesafeli 50x objektifler (NA50: 0,60) kullanılarak, incelenen MNP'lerin mikro-Raman video görüntüleri kaydedilmiştir. Her görüş alanı, 500 µm x 350 µm boyutlarında 8 dikdörtgen bölgeye ayrılmış ve yapısal olarak mikro-nanoplastiğe benzeyen partiküllerin en merkezi noktalarından 50x uzun mesafeli objektif ile Raman spektrumları alınmıştır. Karşılaştırmalı Raman spektrumlarında, KnowItAll ve ID Finder kütüphaneleri kullanılarak mikro-nanoplastiklerin ortalama boyutu, kimyasal kimliği ve Hit Kalite İndeksi (HQI) yüzdeleri raporlanmıştır. Bununla birlikte, kütüphanede polimer/plastik kökenli spektrumlarla eşleşme sağlanamayan veriler değerlendirme dışı bırakılmış ve bu durum grafiklerdeki spektrum sayısında varyasyonlara yol açmıştır.

Çalışmada, boyutu 10 µm'dan az olan özellikle küçük mikropplastiklere ve 1 µm'den küçük olan nanoplastiklere odaklanılmıştır. Bunlar 4 grup altında incelenmiştir: <1 µm, 1 -5 µm, 5-10 µm, 10 µm>.

Çalışmalarda kullanılan mikro Raman cihazları Şekil 3.22 ve Şekil 3.23'te gösterilmektedir.



Şekil 3.22 Jasco NRS 3100 Model Raman Mikro Spektroskopi Cihazı (Barlas Turan, 2023)



Şekil 3.23 Horiba LabRAM Soleil Raman Mikro Spektroskopi Cihazı (ST Instruments, 2024)

Hazırlanan grafiklerdeki spektrumlar (i) incelenen yapının ortalama boyutu, (ii) KnowItAll kütüphanesi ve ID Finder kütüphanesi ile eşleşen kimyasal yapı ismi ve (ii) benzetme yüzdesi (HQI) verilerine göre isimlendirilmiştir.

Bu çalışmada mikro-nanoplastik (MNP) analizlerinde, düşük yoğunluklu örneklerde istatistiksel güvenilirliği sağlamak amacıyla, uygulamaya dayalı bir alt raporlama eşiği esas alınmıştır. Bu eşik, her bir mikroskobik görüş alanında ($1,4 \text{ mm}^2$) tek bir partikülün tespit edilmesine karşılık gelen 0,2 adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ değeri olarak belirlenmiştir. Bu yaklaşım, düşük sayımlarda ortaya çıkabilen yüksek varyasyonu kontrol altına alarak ortalama değerlerin

anamlı sunumunu sağlamaktadır ve Mortari ve diğ. (2014)'ün mikroskobik çalışmalarda düşük seviyeler için uygulama temelli sınır önerisiyle tutarlıdır.

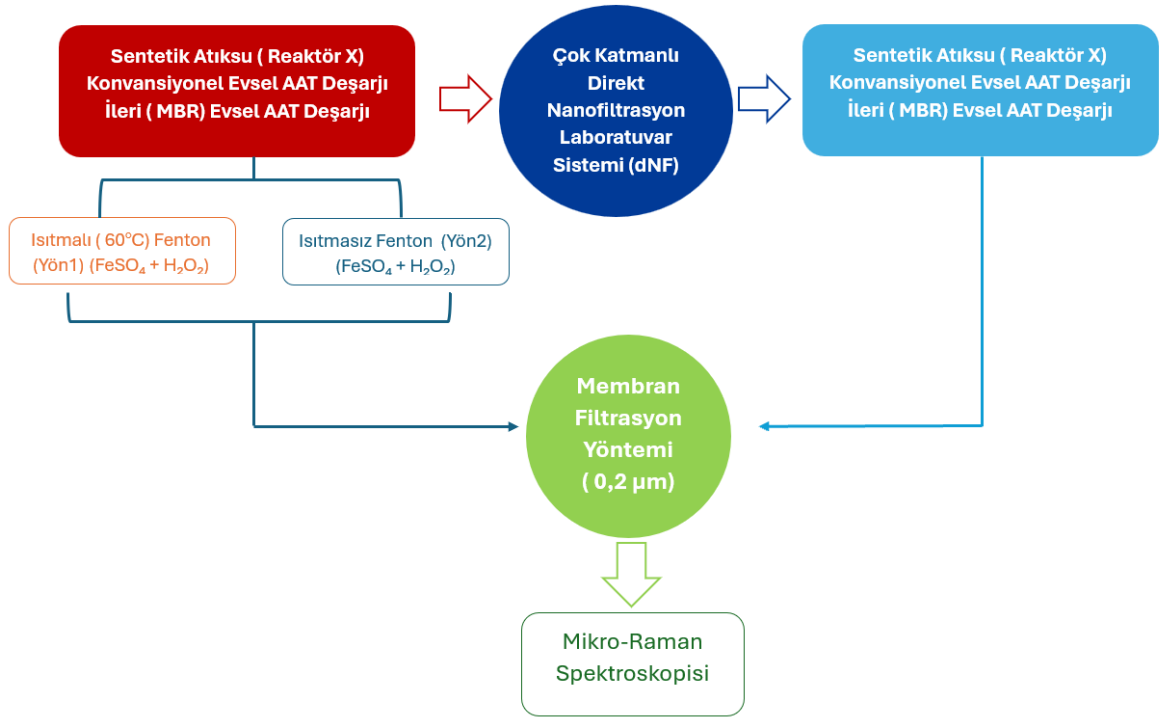
dNF sistemi sonrası (çıkışı) atıksuyu numunelerindeki MNP yoğunlukları ise çoğunlukla bu eşik değerin altında kaldığından ($< 0,2$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$), bu durumdaki örnekler “ $< 0,2$ ” olarak raporlanmış ve standart sapma (SD) hesaplanmamıştır. Bunun nedeni, düşük sayım değerlerinin (örneğin ortalama <1 partikül/ $1,4 \text{ mm}^2$ olan ve 5 görüş alanından yalnızca birinde partikül tespit edilen örnekler) SD değerlerini ortalamanın ≥ 2 katına çıkararak istatistiksel anlamsızlığa yol açmasıdır. Bu metodolojik tercih, düşük seviyelerde yalnızca ortalama veya $<$ eşik bildirimi öneren Koelmans ve diğ. (2019) ile ölçüm belirsizliğini boyut ve konsantrasyon düzeyine bağlı olarak irdeleyen Pimpke ve diğ. (2019) çalışmalarıyla uyumludur.

Bununla birlikte, dNF çıkışındaki partikül seviyelerinin kontrol (blank) filtrelerde ölçülen değerlerden dahi düşük olması nedeniyle, boş filtre düzeltmesi yapılmamıştır. Bu kararın iki temel gerekçesi vardır: (1) Blank çıkarımının fiziksel olarak anlamsız negatif konsantrasyonlar üretme ve ölçüm belirsizliğini artırma riski, (2) US EPA (2016; Appendix C) kılavuzunun örnek yoğunluk düzeylerinin şahit filtre seviyelerine yakın veya altında ölçülmesi durumunda şahit filtre (blank) düzeltmesi yapılmaması önermemesidir. Aynı gerekçeyle dNF giriş suyu analizlerinde de çıkarım uygulanmayarak giderim hesapları doğrudan ölçülen ham yoğunluklar üzerinden gerçekleştirilmiştir.

Mikro-nanoplastik giderim verimliliği, dNF öncesi (giriş) ve dNF sonrası (çıkış) MNP düzeyleri, her bir filtrede $1,4 \text{ mm}^2$ 'lik görüş alanı başına düşen ortalama partikül sayısı (adet/ $1,4 \text{ mm}^2$) esas alınarak, aşağıda belirtilen denklem (3.11) ile hesaplanmıştır. dNF çıkış MNP düzeyinin uygulamaya dayalı alt raporlama eşiği olan $0,2$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ 'nin altında kaldığı durumlarda, giderim verimi yaklaşık %100 olarak kabul edilmiştir.

$$\% \text{ Giderimi} = 1 - \left(\frac{\text{dNF Sonrası MNP Miktarı}}{\text{dNF Öncesi MNP Miktarı}} \right) \times 100 \quad (3.11)$$

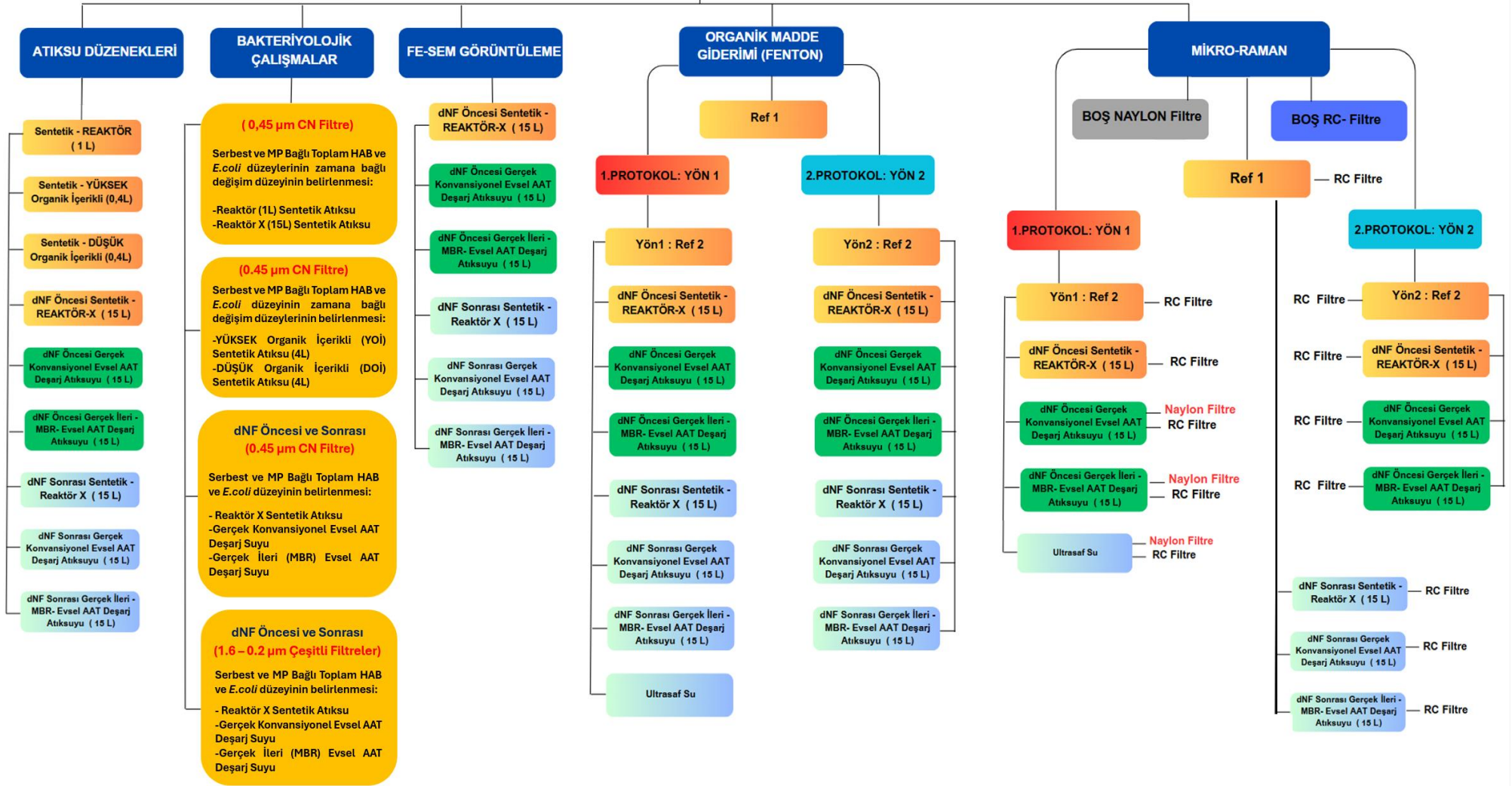
Sentetik atıksu (Reaktör X) ve gerçek atıksu numuneleri (Konvansiyonel ve MBR) için gerçekleştirilen mikro-nanoplastik izolasyon çalışmaları için izlenen adımlar Şekil 3.24'te özetlenmiştir.



Şekil 3.24 Mikro-Nanoplastik İzolasyon Çalışmaları

Malzeme ve yöntem bölümündeki çalışmalarımızda gerçekleştirilen işlemler Şekil 3.25'te özetlenmiştir.

ÇALIŞMADA UYGULANAN YÖNTEMLER



Şekil 3.25 Tez Çalışmamız Kapsamında Gerçekleştirilen İşlemler ve Kullanılan Numuneler

3.7 İSTATİKSEL ANALİZLER

Tüm bakteriyolojik analizlerde *E. coli* ve HAB sayım sonuçları, $\log_{10}$ (KOB/ml veya KOB/100 ml) dönüşümü ile normalize edilmiş; mikro-nanoplastik (MNP) yoğunlukları ise laboratuvar ölçekli dNF sistemi öncesi (giriş) ve sonrası (çıkış) atıksu numunelerinde tespit edilen ortalama MNP/1,4mm² değerleri üzerinden hesaplanmıştır. Verilerin normal dağılımı Shapiro-Wilk testi ($p > 0.05$), varyans homojenliği Levene testi ($p > 0.05$) ile kontrol edilmiştir. Reaktör (1L), ReaktörX (15L) arasındaki karşılaştırmalar ve her bir sistemin kontrol grubu ile kıyaslanmasında Welch düzeltmeli bağımsız örneklem t-testi kullanılmıştır. Laboratuvar ölçekli dNF öncesi ve sonrası $\log_{10}$ değer farkları, farklı örnekler üzerinde gerçekleştirildiği için bağımsız örneklem t-testi ile analiz edilmiştir.

Yüksek (YOİ) ve düşük (DOİ) organik içerikli sistemlerde zaman (0-4. haftalar) ve sistem türü (YOİ/DOİ) etkileri, tek yönlü ANOVA ile test edilmiş; ANOVA sonrası post-hoc çift karşılaştırmalarda, her bir sistem türü için 10 çift karşılaştırma yapıldığından, Bonferroni düzeltmesi uygulanarak anlamlılık düzeyi $p < 0,005$ olarak belirlenmiştir. Mikroplastiklere bağlı bakteri düzeyleri ile filtrelenmiş kontrol grupları arasındaki farklar bağımsız örneklem t-testi ile değerlendirilmiş ve Bonferroni düzeltmesi uygulanmıştır. Zaman içindeki değişimler, serbest ve MP-bağlı *E.coli*/HAB düzeyleri için ayrı ayrı analiz edilmiş; sistemler arası karşılaştırmalar ise belirli zaman noktalarında (16. ve 30. günler) bağımsız t-testi ile desteklenmiştir.

Bakteriyolojik analizlerin devamında, farklı filtre gözenek boyutlarının (1,6–0,2 μm) aynı atıksu numuneleri üzerindeki tekrarlı etkisini değerlendirmek amacıyla Tekrarlı Ölçümler ANOVA kullanılmıştır. Küresellik varsayımı Mauchly testi ile değerlendirilmiş, varsayımın ihlal edildiği durumlarda ($p < 0,05$) Greenhouse-Geisser düzeltmesi uygulanmıştır. Anlamlı ANOVA sonuçları için grup içi karşılaştırmalar Bonferroni düzeltmeli ikili t-testleri ile doğrulanmıştır.

Por açıklığı ile giderim verimliliği arasındaki ilişki, ölçülen sayısal veriler üzerinden lineer regresyon analizi ile değerlendirilmiştir. Analizlerde bağımsız değişken olarak por açıklığı, bağımlı değişken olarak $\log_{10}$ giderim değerleri kullanılmıştır.

Laboratuvar ölçekli dNF sistemi öncesi ve sonrasında ölçülen mikro-nanoplastik yoğunluklarının analizinde, normallik varsayımı sağlanan (Shapiro-Wilk, $p > 0,05$), ancak varyans homojenliği ihlal edilen (Levene, $p < 0,05$) gruplar için, parametrik testlerin geçerliliğini korumak amacıyla Welch düzeltmeli bağımsız örneklem t-testi uygulanmıştır. Bazı gruplarda ise, hem normallik (Shapiro-Wilk, $p < 0,05$) hem de varyans homojenliği (Levene, $p < 0,05$) varsayımlarının ihlal edildiği gruplarda (özellikle çıkışta hiç mikro-nanoplastik tespit edilmeyen (0) durumlarda), parametrik testlerin varsayımları karşılanmadığından parametrik olmayan Mann-Whitney U testi tercih edilmiştir. Tüm analizler %95 güven düzeyinde ($p < 0,05$) değerlendirilmiş; veriler IBM SPSS 21.0 yazılımında gerçekleştirilmiş ve sonuçlar APA 7.0 formatında raporlanmıştır (IBM Corp., 2012; American Psychological Association, 2020)

4. BULGULAR

4.1 E. COLİ VE TOPLAM HETEROTROFİK AEROBİK BAKTERİ (HAB) GELİŞİM/ DEĞİŞİM DÜZEYLERİ

4.1.1 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sentetik Atıksu Numunelerinde *E. coli* ve Toplam Heterotrofik Aerobik Bakterinin (HAB) Zamana Bağlı Gelişim/ Değişim Düzeyleri

Bölüm 3.1’de açıklandığı şekilde hazırlanan Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) aynı içerikte ama farklı hacimlerdeki sentetik atıksu sistemlerinde hem atıksuda serbest hem de mikropластиğe bağlı haldeki *Escherichia coli* (*E. coli*) ve toplam heterotrofik aerobik bakteri (HAB) düzeyleri açısından kontrol grubu ile karşılaştırmalı olarak üç tekrarlı ölçümlerle dört hafta boyunca izlenmiştir. Her bir ölçüm için ortalama ve standart sapma değerleri hesaplanmıştır.

Tüm örnekleme sürelerince elde edilen *E. coli* ve HAB düzeyleri Tablo 4.1 ve Tablo 4.2’de, değişim düzeyi aşağıda yer alan grafiklerde kontrol grubu ile karşılaştırmalı olarak, ortalama $\pm$ standart sapma değerleri ile sunulmuştur (Şekil 4.1, Şekil 4.2, Şekil 4.3 ve Şekil 4.4).

Ayrıca, çalışmalar sırasında, deney sistemlerindeki koşulların kontrolü amacıyla çözünmüş oksijen, iletkenlik, tuzluluk, sıcaklık, pH ölçüm değerleri Bölüm 4.2 Tablo 4.13’te gösterilmiştir.

4.1.1.1 Atıksuda Serbest Bakteri Düzeyindeki Gelişim/ Değişim

Çalışma boyunca hem *Escherichia coli* (*E. coli*) hem de toplam heterotrofik aerobik bakteri (HAB) seviyeleri, atıksuda artış azalış döngüsü sergilemiştir. Reaktör (1L)’de serbest *E. coli* yoğunluğu, 2. günde ortalama $1,8 \pm 0,1 \times 10^6$ KOB/ml iken, 2. Haftada (9.gün) $3,4 \pm 1,2 \times 10^7$ KOB/ml seviyesine ulaşmış; 3. haftada plato evresine geçmiş ve 4. Haftada (30.günde) $6,3 \pm 1,5 \times 10^5$ KOB/ml’ ye gerilemiştir. Benzer bir eğilim Reaktör X (15L) sisteminde de gözlenmiş olup, *E. coli* yoğunluğu 2. Haftada (16.gün) $1,7 \pm 0,3 \times 10^7$ KOB/ml ile pik seviyeye ulaşmış, ardından 4. Haftada (30.gün) $8,0 \pm 1,4 \times 10^5$ KOB/ml seviyesine düştüğü bulunmuştur (Tablo 4.1, Şekil 4.1).

HAB için de paralel bir gelişim eğrisi izlenmiştir. Reaktör (1L)’de HAB seviyeleri 2. günde $2,3 \pm 0,3 \times 10^6$ KOB/ml, 2. Haftada (16.gün) $1,6 \pm 0,1 \times 10^8$ KOB/ml ve 4. Haftada (30.gün)

2,0±0,3x10⁶ KOB/ml olarak kaydedilmiştir. Reaktör X (15L)'de ise aynı parametreler sırasıyla 3,9±1,2x10⁶, 2,5±0,3x10⁸ ve 1,5±0,4x10⁶ KOB/ml olarak ölçülmüştür (Tablo 4.1, Şekil 4.2).

Kontrol grubunda ise bakteriyel artış daha sınırlı kalmıştır. Örneğin, serbest *E. coli* düzeyi 2.gün 1,5±0,4x10⁶ KOB/ml iken, 2. haftada (16.gün) 7,9±0,3x10⁶ KOB/ml seviyesine ulaşmış, fakat 4. Haftada (30.gün) 3,2±0,4x10⁵ KOB/ml düzeyine gerilediği bulunmuştur. Serbest HAB seviyesi de en yüksek 2.hafta (16.gün) 1,0±0,1x10⁸ KOB/ml'ye çıkmış, bununla beraber 4.hafta (30.gün) 1,9±0,4x10⁶ KOB/ml'ye azalmıştır (Tablo 4.1, Şekil 4.1 ve Şekil 4.2).

Tablo 4.1 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Atıksudaki Serbest *E. coli* ve HAB Düzeyleri

Günler *(H #)	Serbest <i>E. coli</i> KOB/ml			Serbest HAB KOB/ml		
	KONTROL	REAKTÖR (1L)	REAKTÖR X (15L)	KONTROL	REAKTÖR (1L)	REAKTÖR X (15L)
2 (H0)	1.5±0.4x10 ⁶	1.8 ±0.1x10 ⁶	1.9±0.4x10 ⁶	1.3±0.2x10 ⁶	2.3±0.3x10 ⁶	3.9±1.2x10 ⁶
9 (H1)	1.1±3.9x10 ⁷	3.4±1.2x10 ⁷	3.9±0.2x10 ⁷	3.4±0.1x10 ⁷	5.0±0.2x10 ⁷	4.5±0.5x10 ⁷
16 (H2)	7.9±0.3x10 ⁶	1.1±0.1x10 ⁷	1.7±0.3x10 ⁷	1.0±0.2x10 ⁸	1.6±0.1x10 ⁸	2.5±0.3x10 ⁸
23 (H3)	3.4±0.1x10 ⁶	5.0±0.4x10 ⁶	4.0±0.3x10 ⁶	2.0±0.1x10 ⁷	1.3±0.3x10 ⁷	8.0±0.3x10 ⁷
30 (H4)	3.2±0.4x10 ⁵	6.3±1.5x10 ⁵	8.0±1.4x10 ⁵	1.9±0.4x10 ⁶	2.0±0.3x10 ⁶	1.5±0.4x10 ⁶

*H : Hafta numarasını vermektedir.

4.1.1.2 Mikroplastiklerin Üzerine Tutunan Bakteri Düzeyindeki Gelişim/Değişim

Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) sentetik atıksu sistemlerindeki, 100 ml'lik atıksu numunelerinde bakteriyolojik analizler için dikkate alınan 10 µm ve 200 µm boyutlarında yaklaşık toplam 38.300 adet mikroplastik partikül bulunmaktadır. Bu doğrultuda, Bölüm 3.5.2.2'de belirtilen denklemle (3.3), mikroplastik başına düşen ortalama bakteri sayısı, ≈ KOB/adet MP olarak hesaplanmıştır.

Tüm örnekleme sürelerince elde edilen *E. coli* ve HAB düzeyleri Tablo 4.2 ve Tablo 4.3'te, kontrol grubu ile karşılaştırmalı olarak, üç tekrarlı deneylerin ortalama ± standart sapma değerleri ve mikroplastik başına düşen ortalama bakteri sayısı ile sunulmuştur.

Her iki reaktör sisteminde de mikroplastığe tutunan bakteriyel gelişim, tipik üç fazlı (artış– plato–azalış) bir model sergilemiştir. Reaktör (1L) sisteminde mikroplastığe bağlı *E. coli* düzeyi, başlangıçta ortalama 2,4±0,3x10⁸ KOB/100ml (≈ 6.3 x10³ KOB/MP) iken, 2. haftada (16.gün) 1,0±0,4x10¹⁰ KOB/100ml (≈ 2,6x10⁵ KOB/MP) düzeyine ulaşmış; ardından dördüncü haftada ise (30.gün) 1,3±0,2x10⁹ KOB/100ml (≈3,4 x10⁴ KOB/MP) seviyesine

gerilemiştir. Benzer şekilde, Reaktör X (15L) sisteminde bu azalma eğilimi paralel seyrederek, ikinci haftada (16.gün) $1,2 \pm 0,5 \times 10^{10}$ KOB/100ml ($\approx 3,1 \times 10^5$ KOB/MP), dördüncü haftada (30.gün) $2,0 \pm 0,2 \times 10^9$ KOB/100ml olarak kaydedilmiştir (Tablo 4.2, Şekil 4.3).

Tablo 4.2 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sistemlerinde MP Bağlı *E. coli* Düzeyleri

Günler (H#) *	KONTROL** Filtrelenmiş (KOB/100ml)	MP'ye Bağlı <i>E. coli</i>			
		REAKTÖR (1L)		REAKTÖR X (15L)	
		KOB/100ml	$\approx$ KOB/adet MP	KOB/100ml	$\approx$ KOB/adet MP
2 (H0)	$2,2 \pm 0,2 \times 10^8$	$2,4 \pm 0,3 \times 10^8$	$6,3 \times 10^3$	$3,7 \pm 1,5 \times 10^8$	$9,7 \times 10^3$
9 (H1)	$2,5 \pm 0,3 \times 10^9$	$5,0 \pm 0,2 \times 10^9$	$1,3 \times 10^5$	$6,5 \pm 2,5 \times 10^9$	$1,7 \times 10^6$
16 (H2)	$3,9 \pm 0,4 \times 10^9$	$1,0 \pm 0,4 \times 10^{10}$	$2,6 \times 10^5$	$1,2 \pm 0,5 \times 10^{10}$	$3,1 \times 10^5$
23 (H3)	$1,2 \pm 4,0 \times 10^9$	$8,0 \pm 1,3 \times 10^9$	$2,1 \times 10^5$	$8,9 \pm 1,8 \times 10^9$	$2,3 \times 10^5$
30 (H4)	$1,4 \pm 0,3 \times 10^8$	$1,3 \pm 0,2 \times 10^9$	$3,4 \times 10^4$	$2,0 \pm 0,2 \times 10^9$	$5,2 \times 10^4$

*, Hafta numarası

**, Kontrol grubu olarak hazırlanan sentetik atıksu numunesine mikroplastik (MP) eklenmemiştir.

Mikroplastığe bağlı toplam heterotrofik aerobik bakteri (HAB) yoğunlukları da benzer bir seyir izlemiştir. Reaktör (1L) sisteminde ikinci haftada (16.gün) $5,2 \pm 0,4 \times 10^{10}$ KOB/100ml ($\approx 1,4 \times 10^6$ KOB/MP) seviyesine yükselmiş, dördüncü haftada (30.gün) ise $6,0 \pm 1,4 \times 10^9$ KOB/100ml ($\approx 1,6 \times 10^5$ KOB/MP) düzeyinde inmiştir. Reaktör X sisteminde ise bu değerler ikinci haftada (16.gün) $5,5 \pm 0,4 \times 10^{10}$ KOB/100ml ($\approx 1,4 \times 10^6$ KOB/MP) iken, dördüncü haftada (30.gün) $9,5 \pm 2,5 \times 10^9$ KOB/100ml ($\approx 2,5 \times 10^5$ KOB/MP) olarak belirlenmiştir (Tablo 4.3, Şekil 4.4).

ReaktörX (15L) sisteminde, 100 ml sentetik atıksuda yaklaşık toplam 38.300 adet mikroplastik partikül bulunmakta olup, 9. günde bu mikroplastiklerin her birine ortalama $\sim 1,7 \times 10^5$ adet *E. coli* ve $\sim 2,35 \times 10^6$ adet toplam heterotrofik bakteri (HAB) tutunduğu tespit edilmiştir. Bu değerler, mikroplastik yüzeylerinin bakteriyel tutunma ve kalıcılık açısından önemli bir mikro-yüzey sunduğunu göstermektedir.

Kontrol grubunda mikroplastik bulunmadığı için yalnızca membran filtrasyon sonrası filtre yüzeyinde tutunan bakteriler sayılmıştır. Bu grupta, *E. coli* düzeyi ikinci haftada (16.gün) $3,9 \pm 0,4 \times 10^9$ KOB/100ml, dördüncü haftada (30.gün) sadece ise $1,4 \pm 0,3 \times 10^8$ KOB/100ml olarak belirlenmiştir. Benzer şekilde, filtrelenmiş HAB düzeyi ikinci haftada (16.gün)

$2,0 \pm 0,2 \times 10^{10}$ KOB/100ml, dördüncü haftada (30.gün) ise $1,9 \pm 0,5 \times 10^9$ KOB/100ml olarak ölçülmüştür (Tablo 4.2, Tablo 4.3, Şekil 4.3 ve Şekil 4.4).

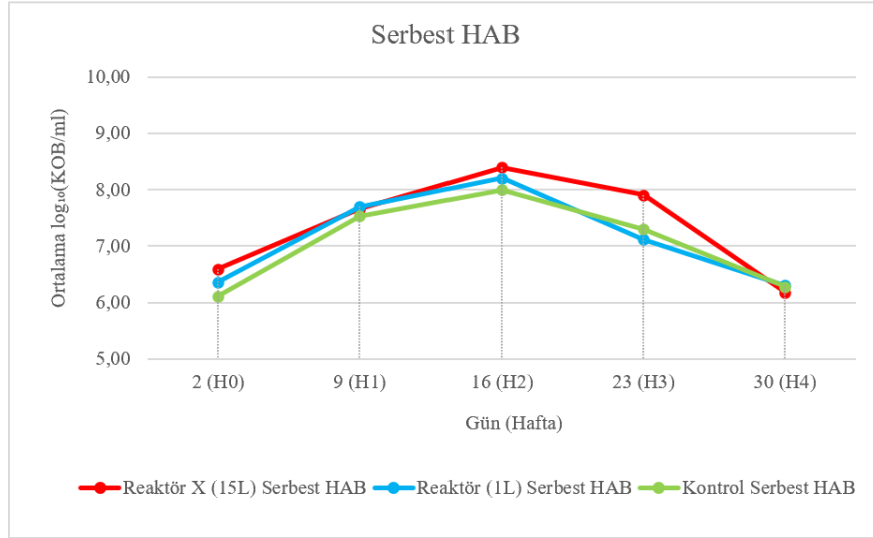
Tablo 4.3 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sistemlerinde MP Bağlı HAB Düzeyleri

Günler (H#) *	KONTROL** Filtrelenmiş (KOB/100ml)	MP'ye Bağlı HAB			
		REAKTÖR (1L)		REAKTÖR X (15L)	
		KOB/100ml	≈ KOB/adet MP	KOB/100ml	≈ KOB/adet MP
2 (H0)	$1.4 \pm 1.5 \times 10^8$	$3.9 \pm 1.1 \times 10^8$	1.1×10^4	$2.2 \pm 0.2 \times 10^8$	5.7×10^3
9 (H1)	$6.3 \pm 1.2 \times 10^9$	$8.0 \pm 0.3 \times 10^9$	2.1×10^5	$9.0 \pm 1.7 \times 10^{10}$	2.3×10^6
16 (H2)	$2.0 \pm 0.2 \times 10^{10}$	$5.2 \pm 0.4 \times 10^{10}$	1.4×10^6	$5.5 \pm 0.4 \times 10^{10}$	1.4×10^6
23 (H3)	$6.9 \pm 0.1 \times 10^{10}$	$1.5 \pm 0.2 \times 10^{10}$	3.9×10^5	$1.7 \pm 0.3 \times 10^{10}$	4.4×10^5
30 (H4)	$1.9 \pm 0.5 \times 10^9$	$6.0 \pm 1.4 \times 10^9$	1.6×10^5	$9.5 \pm 2.5 \times 10^9$	2.5×10^5

*. Hafta numarası
**. Kontrol grubu olarak hazırlanan sentetik atıksu numunesine mikroplastik (MP) eklenmemiştir.

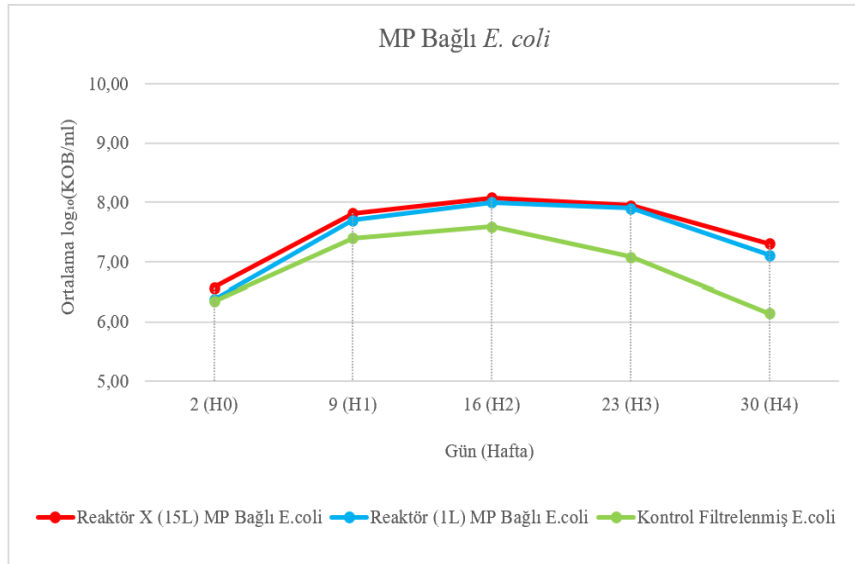


Şekil 4.1 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sentetik Atıksu Sistemleri ve Kontrol Grubu (1L) Dört Haftalık Süreç Boyunca Ortalama Serbest *E. coli* Gelişim/Değişim Düzeylerinin Karşılaştırılması (Tablo 4.1).

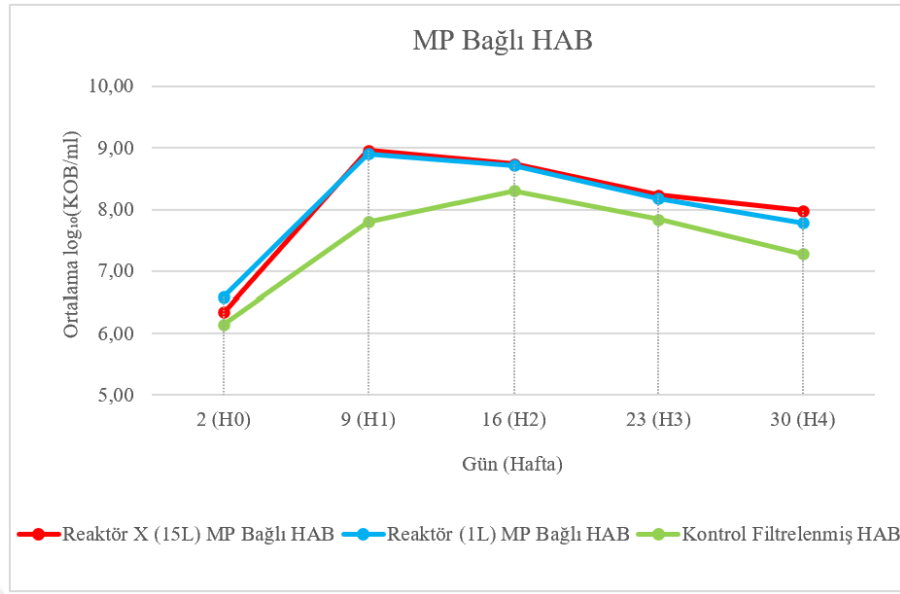


Şekil 4.2 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sentetik Atıksu Sistemleri ve Kontrol Grubu (1L) Dört Haftalık Süreç Boyunca Ortalama Serbest HAB Gelişim/Değişim Düzeylerinin Karşılaştırılması (Tablo 4.1).

Mikroplastiklere bağlı *E. coli* ve HAB düzeylerinin $\log_{10}$ dönüşümleri, serbest ve MP bağlı formlar arasında birimsel karşılaştırma sağlamak amacıyla Bölüm 3.5.2.2’de belirtilen şekilde KOB/ml cinsine çevrildikten sonra gerçekleştirilmiştir. Elde edilen logaritmik değerler Şekil 4.3 ve Şekil 4.4’te sunulmuştur.



Şekil 4.3 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sentetik Atıksu Sistemleri ve Kontrol Grubu (1L) Dört Haftalık Süreç Boyunca Ortalama MP’lere Bağlı *E. coli* Gelişim/Değişim Düzeylerinin Karşılaştırılması (Tablo 4.2).



Şekil 4.4 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sentetik Atıksu Sistemleri ve Kontrol Grubu (1L) Dört Haftalık Süreç Boyunca Ortalama MP'lere Bağlı HAB Gelişim/Değişim Düzeylerinin Karşılaştırılması (Tablo 4.3).

4.1.1.3 İstatistiksel Analizler

Reaktör 1L ve Reaktör X (15L) sentetik atıksu sistemlerinde, mikroplastiklere (MP) bağlı bakterilerin zaman içinde (2. - 30. günler) serbest olanlara göre daha yavaş azaldığı istatistiksel olarak doğrulanmıştır. 30. gün (H4) verilerinin analizinde, normallik varsayımı sağlandığı (Shapiro-Wilk, $p > 0,05$) ancak varyans homojenliği sağlanamadığı (Levene testi, $p < 0,05$) için Welch düzeltmeli t-testi kullanılmıştır.

Reaktör 1L'de, kontrol grubuna kıyasla serbest *E. coli* $\log_{10}$ düzey farkı ($5,80 \pm 0,10$ ile $5,51 \pm 0,06$), MP bağlı *E. coli* $\log_{10}$ düzey farkı ($7,11 \pm 0,15$ ile $6,34 \pm 0,04$) ile karşılaştırıldığında anlamlı derecede düşük bulunmuştur ($t(3,8) = -4,12$, $p = 0,015$). Bu sonuç, MP bağlı bakterilerin serbest olanlara göre daha dirençli olduğunu desteklemektedir.

Kontrol grubundaki 30. gün serbest *E. coli* düzeyleri ($\log_{10} 5,51 \pm 0,06$), Reaktör 1L'den ($\log_{10} 5,80 \pm 0,10$) istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük çıkmıştır ($t(3,2) = -5,43$, $p = 0,006$). Benzer şekilde, MP bağlı *E. coli* düzeylerinde de kontrol grubu ($\log_{10} 6,34 \pm 0,04$) ile Reaktör 1L ($\log_{10} 7,11 \pm 0,15$) arasındaki $0,77 \log_{10}$ fark anlamlıdır ($t(2,5) = -4,88$, $p = 0,003$). Bununla birlikte, Reaktör 1L ve Reaktör X (15L) arasında ne serbest *E. coli* [30. gün ($t(3,6) = -1,32$, $p > 0,05$)] ne de MP bağlı HAB [16. gün ($t(3,1) = 0,35$, $p > 0,05$)] düzeylerinde istatistiksel olarak anlamlı bir

fark bulunmamıştır. Bu bulgular, MP' lerin bakteriyel azalmayı zaman içinde yavaşlattığını, kontrol grubundaki bakteri düzeyinin MP içeren sistemlere göre düşük kaldığını ve reaktör hacminin (1L ile 15L) çevresel parametreler eşitlendiğinde etkisinin önemsiz olduğunu ortaya koymaktadır.

4.1.2 Yüksek (YOİ) ve Düşük (DOİ) Organik İçerikli Sentetik Atıksu Sistemlerinde (4L) Serbest ve Mikroplastığe Tutunan Bakteri Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi

Bölüm 3.1’de paylaşılan detaylara göre hazırlanan yüksek (YOİ: 172-65 mg KOİ/L) ve düşük (DOİ: 30–4 mg KOİ/L) organik içerikli sentetik atıksu sistemlerinde, mikroplastik yoğunluğu, 4L’lik sistemlerde yaklaşık 13,8 adet/ml (100 ml’de yaklaşık 1380 adet 200 µm polistiren) olarak hesaplanmıştır. YOİ ve DOİ sistemlerinde serbest (atıksuda) ve mikroplastik (MP) yüzeyine tutunan *Escherichia coli* (*E. coli*) ile toplam heterotrofik aerobik bakteri (HAB) konsantrasyonları, üç tekrarlı olarak dört haftalık (2., 9., 16., 23., 30. günler) bir süre boyunca ölçülmüştür.

Kontrol grupları (MP içermeyen) ile karşılaştırmalı olarak, üç tekrarlı deneylerin ortalama $\pm$ standart sapma değerleri ve mikroplastik başına düşen ortalama bakteri sayıları ile Bölüm 4.1.2.1, 4.1.2.2., 4.1.2.3, 4.1.2.4, 4.1.2.5 ve 4.1.2.6 sunulmuştur.

KOB/100 ml olarak ölçülen MP bağlı bakteri düzeyleri, karşılaştırmalı analizlerde ve grafiksel gösterimlerde birim tutarlılığını sağlamak amacıyla KOB/ml’ye dönüştürülmüş ve logaritmik hesaplamalar bu birim üzerinden gerçekleştirilmiştir. Logaritmik SD hesaplamalar için Bölüm 3.5.2.2’deki denklem (3.4) uygulanmıştır.

Ayrıca, çalışmalar sırasında, çözünmüş oksijen, iletkenlik, tuzluluk, sıcaklık, pH değerleri kontrol edilmiştir.

4.1.2.1 Atıksudaki Serbest *E. coli* ve HAB Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi

Yüksek Organik İçerikli (YOİ) Deney Ortamı

YOİ sisteminde, serbest *E. coli* düzeyi 2. günde $1,4 \pm 0,4 \times 10^6$ KOB/ml olarak ölçülmüş, 16. günde $1,1 \pm 0,2 \times 10^8$ KOB/ml ile en yüksek seviyeye ulaşmış ve 30. günde $6,3 \pm 1,3 \times 10^5$ KOB/ml’ye düşmüştür. Benzer şekilde, serbest HAB düzeyi 2. günde $1,9 \pm 0,3 \times 10^6$ KOB/ml’den

16. günde $3,0\pm0,3\times10^8$ KOB/ml'ye yükselmiş, 30. günde ise $2,0\pm0,4\times10^6$ KOB/ml olarak kaydedilmiştir. Kontrol gruplarında (MP içermeyen) 30. günde *E. coli* $3,2\pm0,6\times10^5$ KOB/ml, HAB ise $1,9\pm0,4\times10^6$ KOB/ml seviyesinde ölçülmüştür (Tablo 4.4, Tablo 4.5; Şekil 4.5, Şekil 4.6).

Düşük Organik İçerikli (DOİ) Deney Ortamı

DOİ sisteminde serbest *E. coli* düzeyi 2. günde $1,3\pm0,3\times10^6$ KOB/ml olarak ölçülmüş, 16. günde $6,5\pm1,1\times10^5$ KOB/ml'ye ulaşmış ve 30. günde $7,9\pm1,2\times10^4$ KOB/ml'ye gerilemiştir. Serbest HAB düzeyi ise 2. günde $1,7\pm0,2\times10^6$ KOB/ml'den 16. günde $6,8\pm1,4\times10^7$ KOB/ml'ye yükselmiş, 30. günde $3,9\pm0,8\times10^5$ KOB/ml'ye düşmüştür. Kontrol gruplarında (MP içermeyen) 30. günde *E. coli* $5,2\pm2,1\times10^4$ KOB/ml, HAB ise $3,3\pm0,7\times10^5$ KOB/ml olarak ölçülmüştür (Tablo 4.4, Tablo 4.5; Şekil 4.5, Şekil 4.6).

Tablo 4.4 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest *E. coli* Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi (KOB/ml)

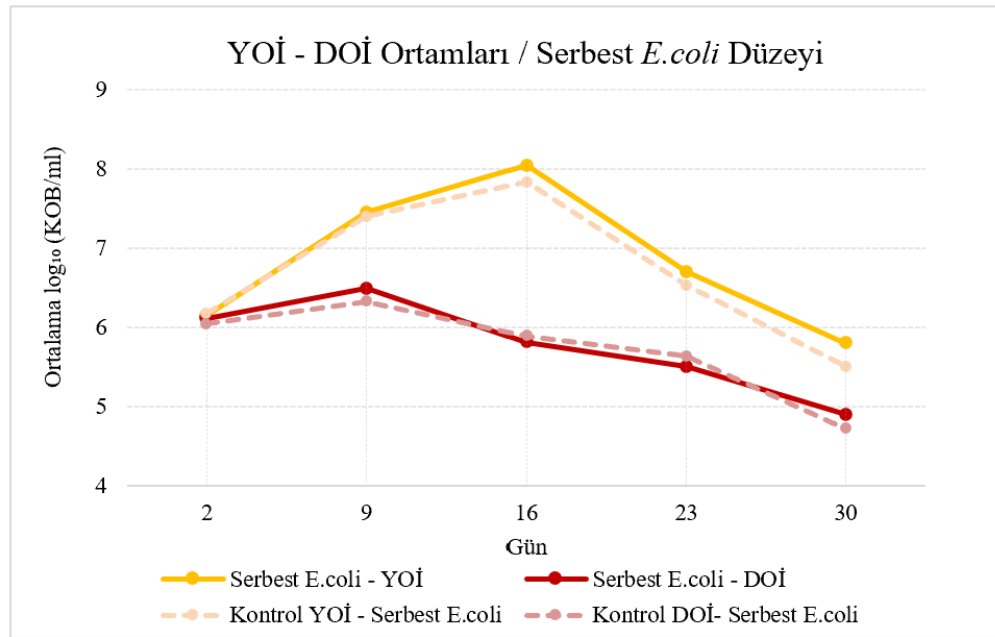
Günler (H#) *	Serbest <i>E. coli</i>			
	YOİ Ortamı		DOİ Ortamı	
	Kontrol KOB/ml	KOB/ml	Kontrol KOB/ml	DOİ KOB/ml
2 (H0)	$1,5\pm0,3\times10^6$	$1,3\pm0,3\times10^6$	$1,1\pm0,3\times10^6$	$1,3\pm0,3\times10^6$
9 (H1)	$2,5\pm0,5\times10^7$	$2,8\pm0,7\times10^7$	$2,1\pm1,1\times10^6$	$3,1\pm0,2\times10^6$
16 (H2)	$6,8\pm1,6\times10^7$	$1,1\pm0,2\times10^8$	$7,8\pm0,5\times10^5$	$6,5\pm1,1\times10^5$
23 (H3)	$3,4\pm0,7\times10^6$	$5,0\pm1,0\times10^6$	$4,3\pm0,2\times10^5$	$3,2\pm0,5\times10^5$
30 (H4)	$3,2\pm0,6\times10^5$	$6,3\pm1,3\times10^5$	$5,2\pm2,1\times10^4$	$7,9\pm1,2\times10^4$

*: Hafta numarasını vermektedir.

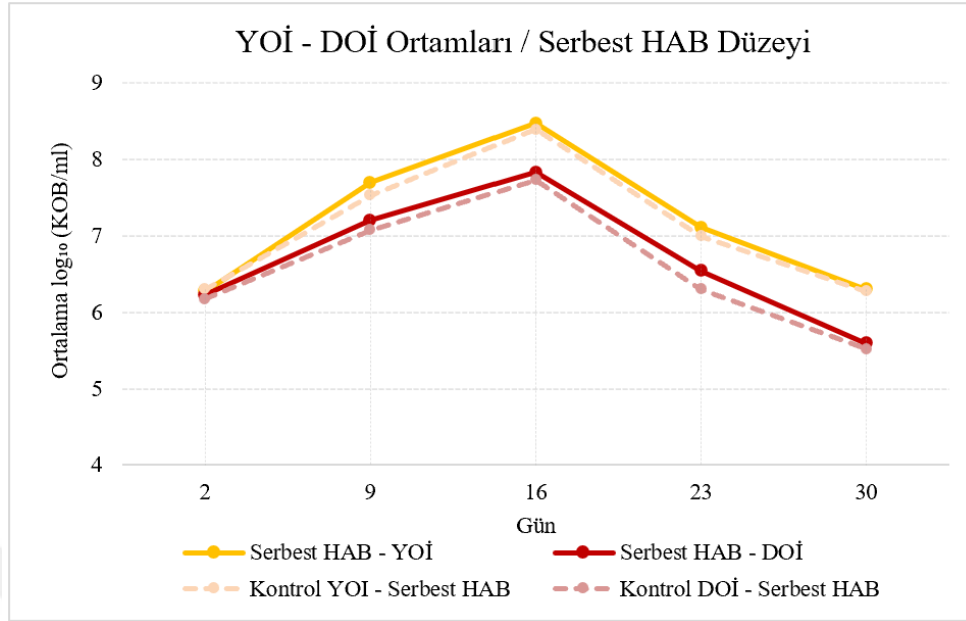
Tablo 4.5 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest HAB Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi (KOB/ml)

Günler (H#) *	Serbest HAB			
	YOİ Ortamı		DOİ Ortamı	
	Kontrol KOB/ml	KOB/ml	Kontrol KOB/ml	DOİ KOB/ml
2 (H0)	$2,0 \pm 0,5 \times 10^6$	$1,9 \pm 0,3 \times 10^6$	$1,5 \pm 0,4 \times 10^6$	$1,7 \pm 0,2 \times 10^6$
9 (H1)	$3,4 \pm 0,7 \times 10^7$	$5,0 \pm 1,0 \times 10^7$	$1,2 \pm 0,3 \times 10^7$	$1,6 \pm 0,3 \times 10^7$
16 (H2)	$2,5 \pm 0,5 \times 10^8$	$3,0 \pm 0,3 \times 10^8$	$5,4 \pm 1,1 \times 10^7$	$6,8 \pm 1,4 \times 10^7$
23 (H3)	$1,0 \pm 0,2 \times 10^7$	$1,3 \pm 0,3 \times 10^7$	$2,0 \pm 0,4 \times 10^6$	$3,5 \pm 0,7 \times 10^6$
30 (H4)	$1,9 \pm 0,4 \times 10^6$	$2,0 \pm 0,4 \times 10^6$	$3,3 \pm 0,7 \times 10^5$	$3,9 \pm 0,8 \times 10^5$

*: Hafta numarasını vermektedir.



Şekil 4.5 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest *E. coli* Ortalama Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişim/Gelişimi [log₁₀ (KOB/ml)]



Şekil 4.6 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest HAB Ortalama Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişim/Gelişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)]

4.1.2.2 Mikroplastiklere Tutunan *E. coli* ve HAB Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi

Deneysel sistemlerde kullanılan mikroplastik yoğunluğu, Tablo 3.5'te belirtildiği şekilde hazırlanmıştır. Buna göre, her 100 ml'lik numune içerisinde 200 μm 'luk yaklaşık 1380 adet PS mikroplastik bulunmaktadır. Bu doğrultuda, Bölüm 3.5.2'de açıklanan hesaplama yöntemine göre, mikroplastiklere (MP) tutunan *E. coli* ve HAB düzeyleri, $\approx$ KOB/adet MP cinsinden ifade edilmiştir. Hesaplanan ortalama bakteri düzeylerinin, zamana bağlı olarak değişim göstermiş olup ilgili veriler Tablo 4.6 ve Tablo 4.7'da özetlenmiştir. Tablolarda YOİ ve DOİ sentetik atıksu sistemlerinde MP'lere tutunan *E. coli* ve HAB konsantrasyonları, kontrol grubu ile karşılaştırmalı olarak ve ortalama $\pm$ standart sapma (KOB/100 ml) formatında sunulmuştur.

Kontrol grubunda (MP içermeyen sistem), deneysel karşılaştırma amacıyla filtreleme işlemi yapılmış ve filtre yüzeyinde tutulan *E. coli* ve HAB sayıları değerlendirilmiştir. MP bulunmadığı için bu değerler atıksudaki hücrelerin filtrede fiziksel olarak tutulmasıyla ilişkilidir, yüzey tutunmasına dair biyofilm oluşumu değildir.

Yüksek Organik İçerikli (YOİ) Deney Ortamı

YOİ sistemlerinde, mikroplastik yüzeyine tutunan *E. coli* düzeyi 2. günde $2,5 \pm 0,4 \times 10^8$ KOB/100 ml olarak ölçülmüş, 16. günde $3,5 \pm 0,2 \times 10^{10}$ KOB/100 ml ($\approx 2,5 \times 10^7$ KOB/MP)] ile

en yüksek değere ulaşmış ve 30. günde $5,6 \pm 1,1 \times 10^8$ KOB/100 ml ($\approx 4,1 \times 10^5$ KOB/MP) seviyesine gerilemiştir (Tablo 4.6, Şekil 4.7). MP' ye tutunan HAB düzeyleri ise 2. günde $2,7 \pm 0,8 \times 10^8$ KOB/100 ml olarak ölçülmüş, 16. günde $6,3 \pm 0,4 \times 10^{10}$ KOB/100ml ($\approx 3,6 \times 10^7$ KOB/MP) ile pik yapmış ve 30. günde $3,2 \pm 0,8 \times 10^9$ KOB/100 ml ($\approx 5,3 \times 10^6$ KOB/MP) olarak kaydedilmiştir (Tablo 4.7, Şekil 4.8). YOİ Kontrol gruplarında (MP içermeyen) 16. günde *E. coli* $1,2 \pm 0,2 \times 10^{10}$ KOB/100 ml'den 30. günde $2,7 \pm 0,3 \times 10^8$ KOB/100 ml'ye; HAB ise 16. günde $4,1 \pm 0,6 \times 10^{10}$ KOB/100 ml'den 30. günde $9,4 \pm 1,8 \times 10^8$ KOB/100 ml seviyesine gerilemiştir (Tablo 4.6, Tablo 4.7).

Düşük Organik İçerikli (DOİ) Deney Ortamı

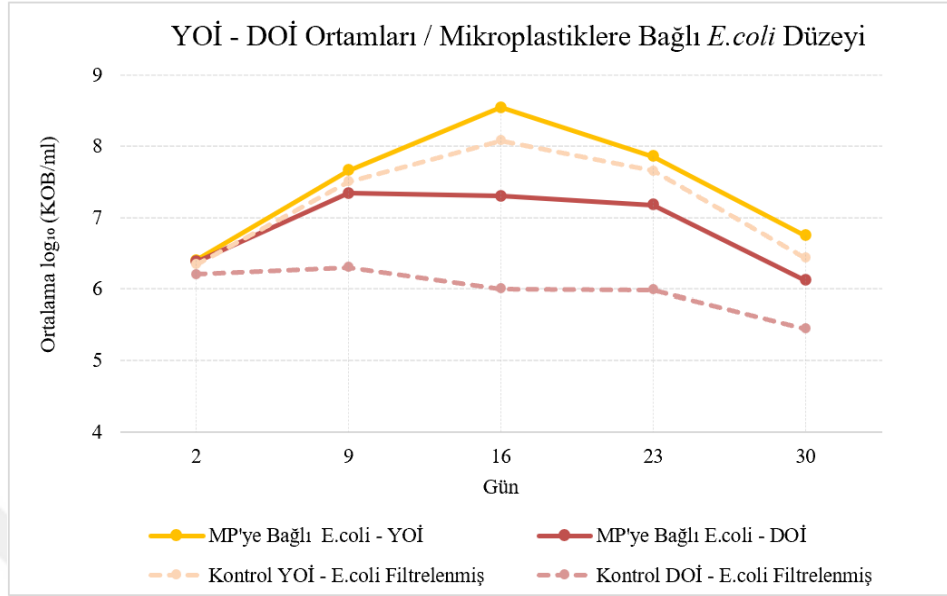
DOİ sistemlerinde, MP' ye tutunan *E. coli* düzeyi 2. günde $2,4 \pm 0,5 \times 10^8$ KOB/100 ml ($\log_{10}$ 6,4) iken, 16. günde $2,0 \pm 0,3 \times 10^9$ KOB/100 ml ($\log_{10}$ 7.3) ($\approx 1,4 \times 10^6$ KOB/MP) ile en yüksek seviyeye ulaşmış ve 30. günde $1,3 \pm 0,9 \times 10^8$ KOB/100 ml ($\log_{10}$ 6.1) ($\approx 9,4 \times 10^4$ KOB/MP) seviyesine gerilemiştir (Tablo 4.6, Şekil 4.7). MP'ye tutunan HAB düzeyi ise 2. günde $3,7 \pm 0,7 \times 10^8$ KOB/100 ml olarak ölçülmüş, 16. günde $1,2 \pm 0,4 \times 10^{10}$ KOB/100 ml ($\approx 8,7 \times 10^6$ KOB/MP) ile pik yapmış ve 30. günde $7,1 \pm 1,2 \times 10^8$ KOB/100 ml ($\approx 1,6 \times 10^5$ KOB/MP) olarak kaydedilmiştir. DOİ Kontrol gruplarında (MP içermeyen) 16. günde *E. coli* $1,0 \pm 1,3 \times 10^8$ KOB/100 ml'den 30. günde $2,8 \pm 1,4 \times 10^7$ KOB/100 ml'ye; HAB ise 16. günde $9,3 \pm 1,9 \times 10^9$ KOB/100 ml'den 30. günde $5,1 \pm 1,6 \times 10^7$ KOB/100 ml seviyesine gerilemiştir (Tablo 4.6, Tablo 4.7).

Tablo 4.6 YOİ ve DOİ Ortamlarında MP'lere Bağlı *E. coli* Düzeyi (KOB/100 ml, $\approx$ KOB/Adet MP)

Günler (H#) *	Yüksek Organik Madde İçeren Ortam (YOİ)			Düşük Organik Madde İçeren Ortam (DOİ)		
	Kontrol** KOB/100 ml	KOB/100 ml	$\approx$ KOB/adet MP	Kontrol** KOB/100 ml	KOB/100 ml	$\approx$ KOB/adet MP
2 (H0)	$2,2 \pm 0,2 \times 10^8$	$2,5 \pm 0,4 \times 10^8$	$1,8 \times 10^5$	$1,6 \pm 0,2 \times 10^8$	$2,4 \pm 0,5 \times 10^8$	$1,7 \times 10^5$
9 (H1)	$3,2 \pm 1,1 \times 10^9$	$4,6 \pm 1,0 \times 10^9$	$3,3 \times 10^6$	$2,0 \pm 0,7 \times 10^8$	$2,2 \pm 1,3 \times 10^9$	$1,6 \times 10^6$
16 (H2)	$1,2 \pm 0,2 \times 10^{10}$	$3,5 \pm 0,2 \times 10^{10}$	$2,5 \times 10^7$	$1,0 \pm 1,3 \times 10^8$	$2,0 \pm 0,3 \times 10^9$	$1,4 \times 10^6$
23 (H3)	$4,5 \pm 0,8 \times 10^9$	$7,2 \pm 1,6 \times 10^9$	$5,2 \times 10^6$	$9,7 \pm 1,8 \times 10^7$	$1,5 \pm 1,8 \times 10^9$	$1,1 \times 10^6$
30 (H4)	$2,7 \pm 0,3 \times 10^8$	$5,6 \pm 1,1 \times 10^8$	$4,1 \times 10^5$	$2,8 \pm 1,4 \times 10^7$	$1,3 \pm 0,9 \times 10^8$	$9,4 \times 10^4$

*.Hafta numarası.

**Kontrol grubu olarak hazırlanan sentetik atıksu numunesine mikroplastik (MP) eklenmemiştir.

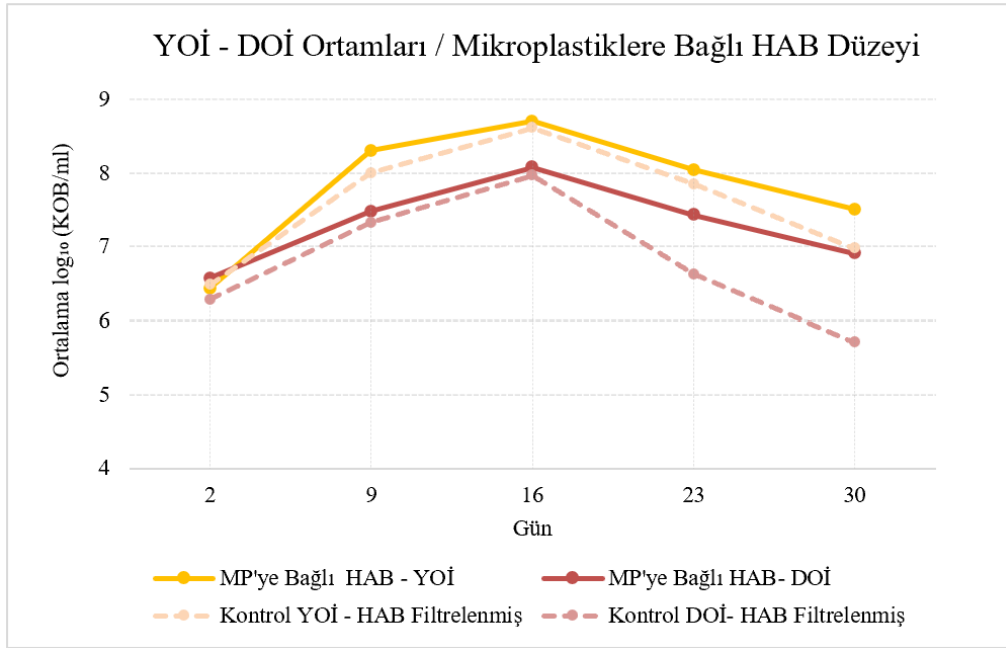


Şekil 4.7 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde MP'lere Bağlı Ortalama *E. coli* Düzeyinin Zamana Bağlı Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)]

Tablo 4.7 YOİ ve DOİ Ortamlarında MP'lere Bağlı HAB Düzeyinin (KOB/100 ml, $\approx$ KOB/Adet MP)

MP Bağlı HAB						
Günler (H#) *	Yüksek Organik Madde İçeren Ortam (YOİ)			Düşük Organik Madde İçeren Ortam (DOİ)		
	Kontrol** KOB/100 ml	KOB/100 ml	$\approx$ KOB/adet MP	Kontrol** KOB/100 ml	KOB/100 ml	$\approx$ KOB/adet MP
2 (H0)	$3,0 \pm 0,7 \times 10^8$	$2,7 \pm 0,8 \times 10^8$	$2,0 \times 10^5$	$1,9 \pm 0,6 \times 10^8$	$3,7 \pm 0,7 \times 10^8$	$2,7 \times 10^5$
9 (H1)	$1,0 \pm 1,3 \times 10^{10}$	$2,0 \pm 1,6 \times 10^{10}$	$1,4 \times 10^7$	$2,1 \pm 1,0 \times 10^9$	$3,0 \pm 1,8 \times 10^9$	$2,2 \times 10^6$
16 (H2)	$4,1 \pm 0,6 \times 10^{10}$	$6,3 \pm 0,4 \times 10^{10}$	$3,6 \times 10^7$	$9,3 \pm 1,9 \times 10^9$	$1,2 \pm 0,4 \times 10^{10}$	$8,7 \times 10^6$
23 (H3)	$7,0 \pm 1,5 \times 10^9$	$1,1 \pm 0,3 \times 10^{10}$	$8,0 \times 10^6$	$4,2 \pm 1,2 \times 10^8$	$2,7 \pm 0,3 \times 10^9$	$2,0 \times 10^6$
30 (H4)	$9,4 \pm 1,8 \times 10^8$	$3,2 \pm 0,8 \times 10^9$	$5,3 \times 10^6$	$5,1 \pm 1,6 \times 10^7$	$7,1 \pm 1,2 \times 10^8$	$1,6 \times 10^5$

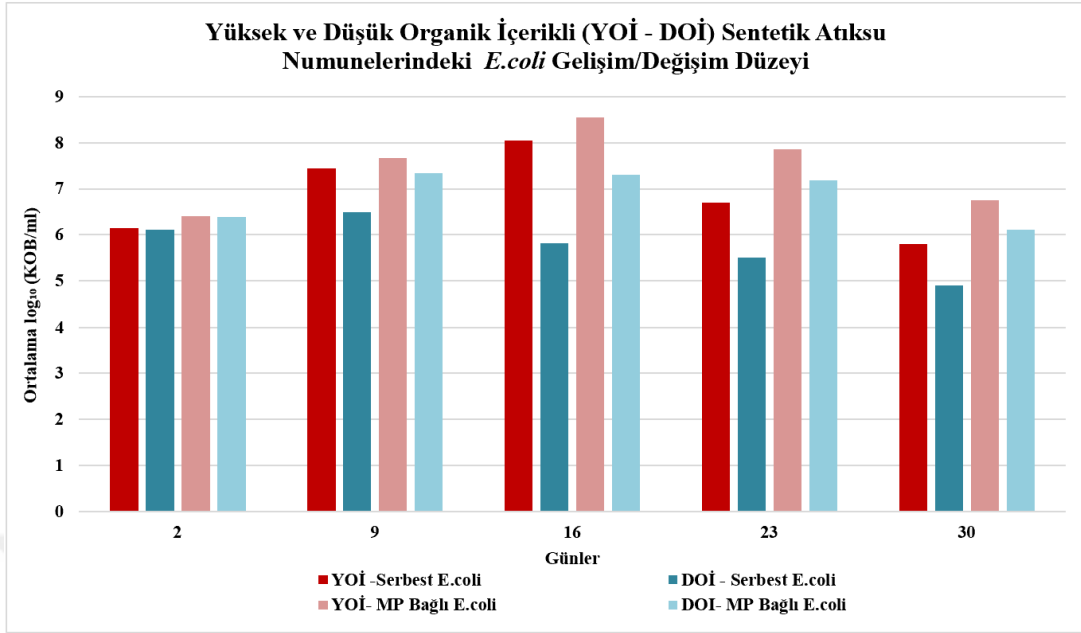
*.Hafta numarası.
 **.Kontrol grubu olarak hazırlanan sentetik atıksu numunesine mikroplastik (MP) eklenmemiştir.



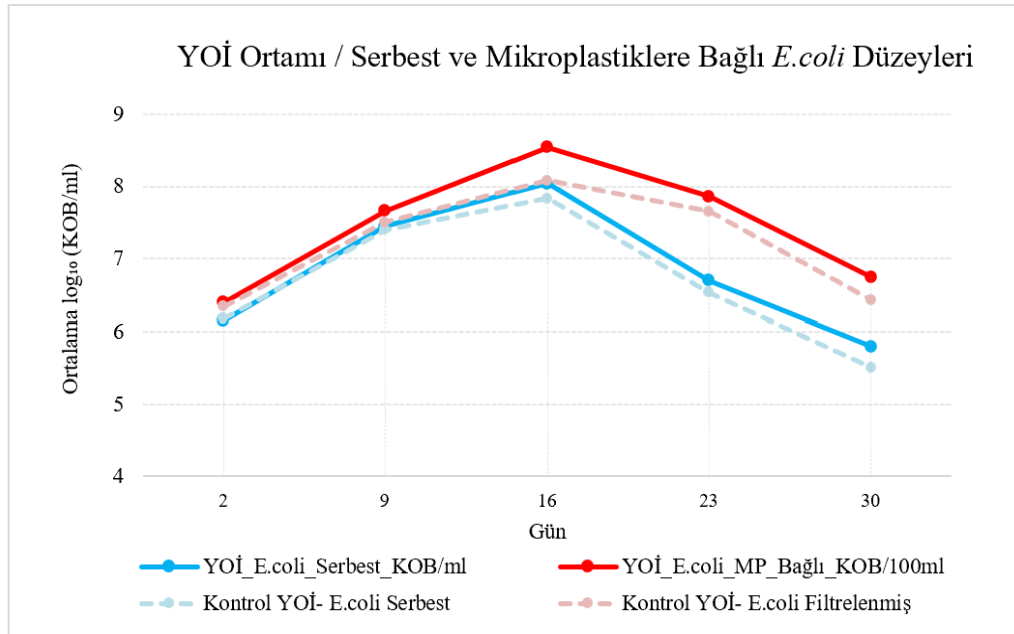
Şekil 4.8 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde MP'lere Bağlı Ortalama HAB Düzeyinin Zamana Bağlı Değişim/Gelişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)]

4.1.2.3 Atıksudaki Serbest ve Mikroplastiklere Bağlı *E.coli* Gelişim/Değişim Düzeyinin Zamansal Karşılaştırılması

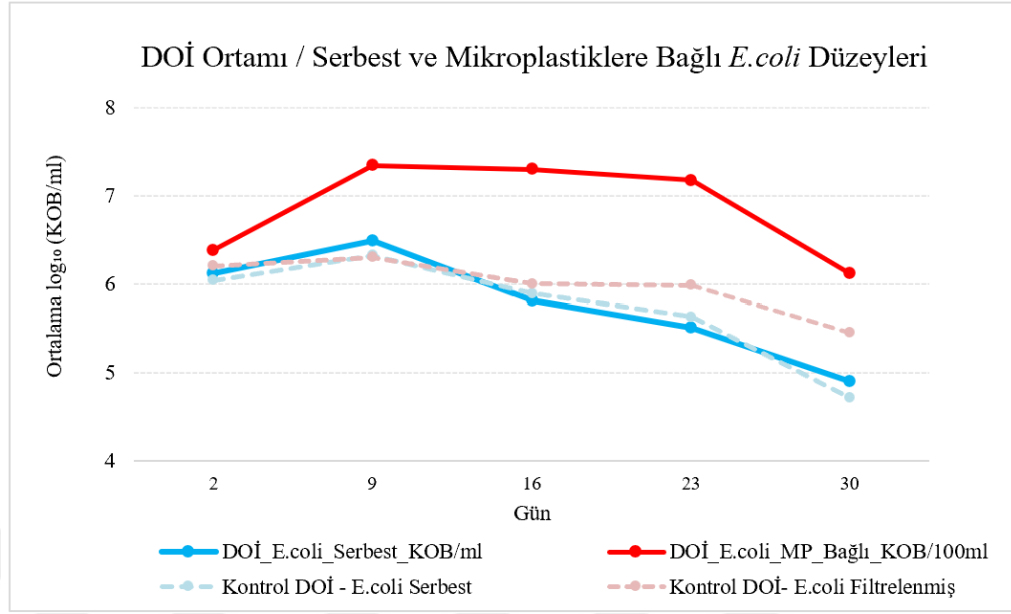
4.1.2.1 ve 4.1.2.2 Bölümlerinde detayları paylaşıldığı üzere, YOİ deney sisteminde, serbest fazdaki *E. coli* düzeyleri 16. günde $1,1 \pm 0,2 \times 10^8$ KOB/ml'ye ($\log_{10} 8,04 \pm 0,04$) ulaşarak en yüksek değeri göstermiştir. Aynı sistemde, MP bağlı *E. coli* düzeyi de $3,5 \pm 0,2 \times 10^{10}$ KOB/100 ml [$\log_{10}$ (KOB/ml) $8,54 \pm 0,02$] ölçülmüştür. DOİ deney sisteminde ise serbest fazdaki *E. coli* düzeyleri aynı tarihte $6,5 \pm 1,1 \times 10^5$ KOB/ml iken ($\log_{10} 5,81 \pm 0,07$), MP bağlı formu $2,0 \pm 0,3 \times 10^9$ KOB/100 ml'ye [$\log_{10}$ (KOB/ml) $7,30 \pm 0,06$] yükselmiştir (Şekil 4.9, Şekil 4.10, Şekil 4.11).



Şekil 4.9 YOİ ve DOİ Sentetik Atık Su Sistemlerinde Serbest ve MP'lere Bağlı *E. coli* Düzeylerinin Zamansal Değişiminin Karşılaştırılması [$\log_{10}$ (KOB/ml)]



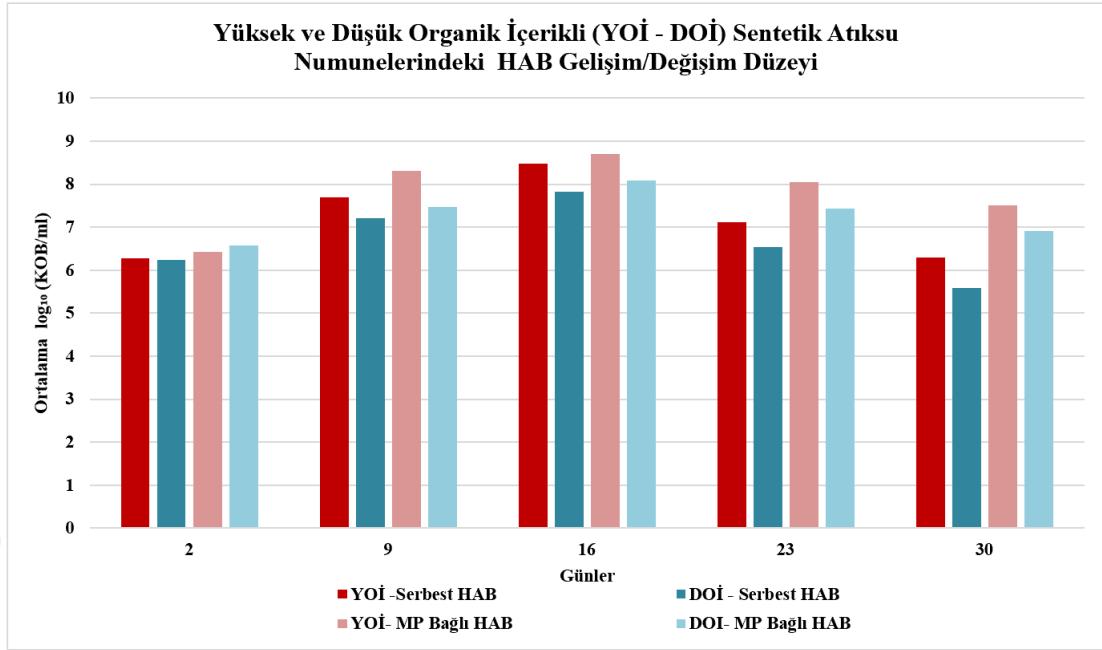
Şekil 4.10 YOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest Halde ve MP'lere Bağlı Bulunan Ortalama *E. coli* Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)]



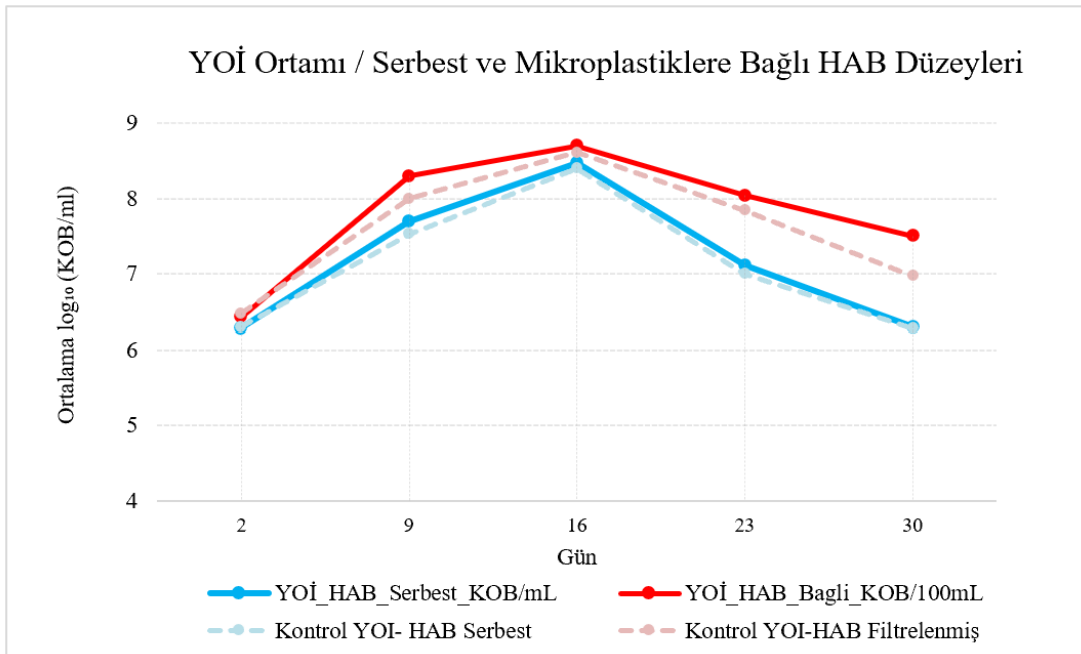
Şekil 4.11 DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Atıksuda Serbest Halde ve MP'lere Bağlı Bulunan Ortalama *E. coli* Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)]

4.1.2.4 Atıksudaki Serbest ve Mikroplastiklere Bağlı HAB Gelişim/Değişim Düzeyinin Zamansal Karşılaştırılması

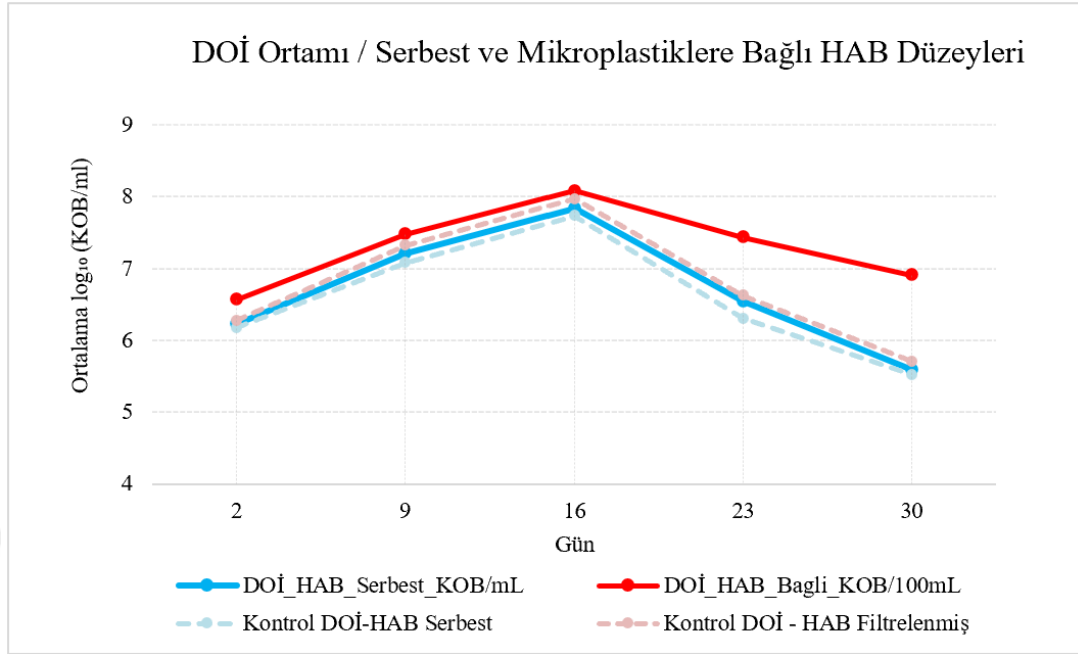
4.1.2.1 ve 4.1.2.2 Bölümlerinde detayları paylaşıldığı üzere, YOİ sisteminde serbest HAB düzeyi 16. günde $3,0 \pm 0,5 \times 10^8$ KOB/ml ($\log_{10}$ $8,48 \pm 0,07$) ile en yüksek değere ulaşmış, 30. Günde $2,0 \pm 0,4 \times 10^6$ KOB/ml ($\log_{10}$ $6,30 \pm 0,08$)'ye düşmüştür. MP bağlı HAB düzeyi ise 16.günde $6,3 \pm 0,4 \times 10^{10}$ KOB/100 ml [$\log_{10}$ (KOB/ml) $8,80 \pm 0,03$] ile en yüksek seviyeye çıkmıştır. DOİ sisteminde serbest HAB düzeyi 16.günde $6,8 \pm 1,4 \times 10^7$ KOB/ml ($\log_{10}$ $7,83 \pm 0,09$), MP bağlı HAB ise $1,2 \pm 0,4 \times 10^{10}$ KOB/100 ml [$\log_{10}$ (KOB/ml) $8,08 \pm 0,12$] olarak ölçülmüştür. Her iki sistemde de serbest fazdaki bakteri düzeyleri 30. günde belirgin bir azalma gösterirken, MP bağlı bakterilerde daha stabil ve yüksek seviyeler korunmuştur (Şekil 4.12, Şekil 4.13, Şekil 4.14).



Şekil 4.12 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest ve MP'lere Bağlı HAB Düzeylerinin Zamansal Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)]



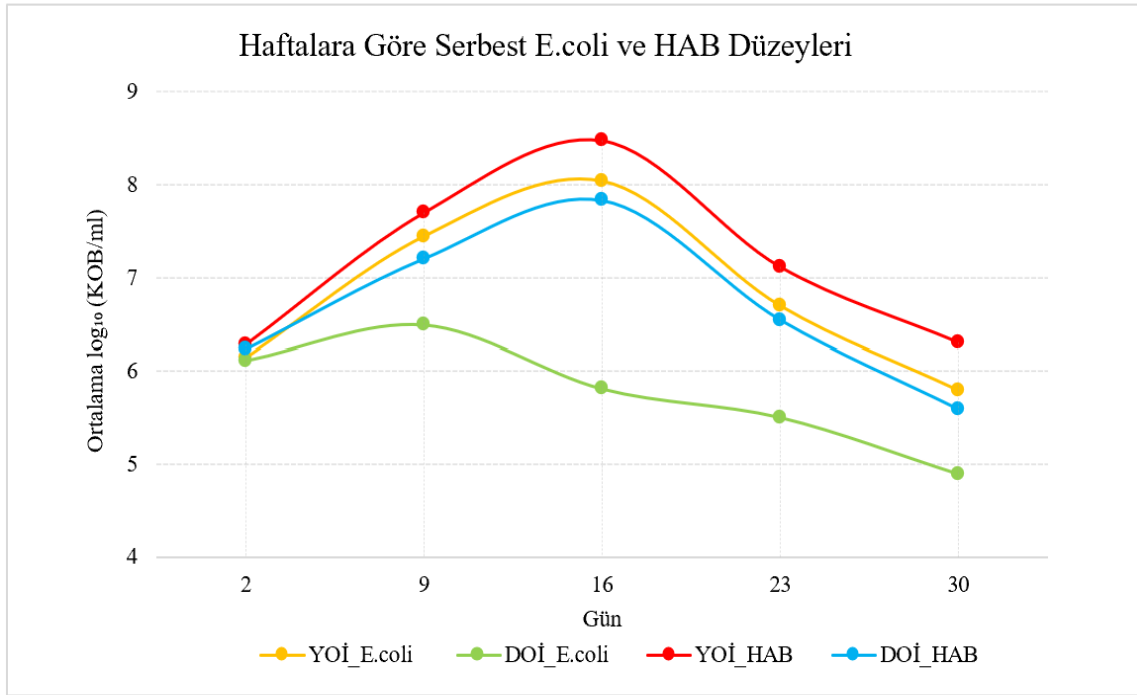
Şekil 4.13 YOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Atıksuda Serbest Halde ve MP'lere Bağlı Bulunan Ortalama HAB Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)]



Şekil 4.14 DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Atıksuda Serbest Halde ve MP'lere Bağlı Bulunan Ortalama HAB Düzeylerinin Zamana Bağlı Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)]

4.1.2.5 Atıksuda Serbest *E.coli* ve HAB Gelişim/Değişim Düzeyinin Zamansal Karşılaştırılması

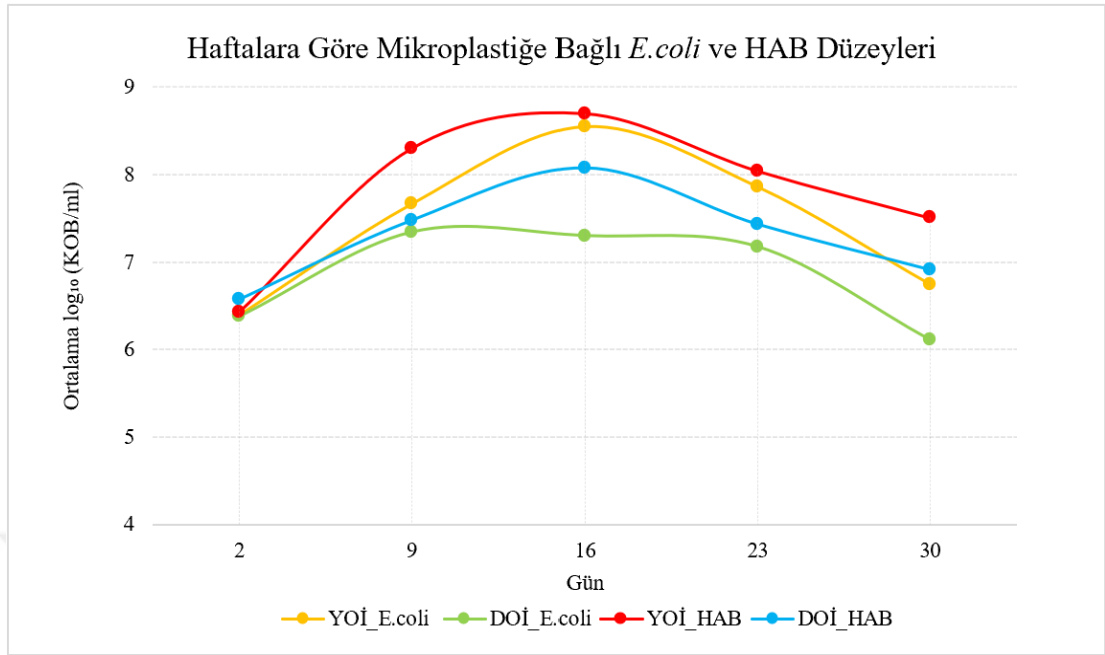
YOİ ve DOİ sentetik atıksu sistemlerinde serbest *E. coli* ve HAB düzeylerinin zamana bağlı karşılaştırılmalı logaritmik [$\log_{10}$ (KOB/ml)] değişimi Şekil 4.15'te sunulmuştur. YOİ sistemlerinde, serbest *E. coli* düzeyi 2. günde $1,4 \pm 0,4 \times 10^6$ KOB/ml ($\log_{10} 6,15 \pm 0,12$) olarak ölçülmüşken, 16. günde $1,1 \pm 0,2 \times 10^8$ KOB/ml ($\log_{10} 8,04 \pm 0,04$) ile pik yapmış ve 30. günde $6,3 \pm 1,3 \times 10^5$ KOB/ml'ye ($\log_{10} 5,80 \pm 0,09$) düşmüştür. Serbest HAB düzeyi ise 16. Günde $3,0 \pm 0,3 \times 10^8$ KOB/ml'ye ($\log_{10} 8,48 \pm 0,04$) ulaşmıştır. DOİ sistemlerinde ise serbest *E. coli* ve HAB düzeyleri sırasıyla 16. günde $6,5 \pm 1,1 \times 10^5$ KOB/ml ($\log_{10} 5,81 \pm 0,07$) ve $6,8 \pm 1,4 \times 10^7$ KOB/ml ($\log_{10} 7,83 \pm 0,09$) ile daha düşük seviyelerde seyretmiştir. Bu bulgular, yüksek organik madde içeriğinin serbest bakteriyel büyümeyi belirgin şekilde desteklediğini, ancak besin tükenmesiyle 30. günde azaldığını göstermektedir.



Şekil 4.15 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Serbest *E. coli* ve HAB Düzeylerinin Haftalara Göre Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)]

4.1.2.6 Mikroplastiklere Bağlı *E.coli* ve HAB Gelişim/Değişim Düzeyinin Zamansal Karşılaştırılması

YOİ ve DOİ sistemlerinde mikroplastik (MP) yüzeyine tutunan *E. coli* ve HAB düzeylerinin logaritmik dönüşümlü değerleri [$\log_{10}$ (KOB/ml)] karşılaştırmalı olarak Şekil 4.16'da gösterilmiştir. YOİ sistemlerinde, MP bağlı *E. coli* düzeyi 16. günde $3,5 \pm 0,2 \times 10^{10}$ KOB/100 ml [$\log_{10}$ (KOB/ml) $8,5 \pm 0,02$], HAB ise $5,0 \pm 0,4 \times 10^8$ KOB/100 ml [$\log_{10}$ (KOB/ml) $8,7 \pm 0,03$] ile en yüksek seviyeye ulaşmıştır. DOİ sistemlerinde ise MP bağlı *E. coli* ve HAB düzeyleri sırasıyla 16. günde $2,0 \pm 0,3 \times 10^9$ KOB/100 ml [$\log_{10}$ (KOB/ml) $7,3 \pm 0,06$] ve $1,2 \pm 0,4 \times 10^{10}$ KOB/100 ml [$\log_{10}$ (KOB/ml) $8,1 \pm 0,12$] olarak ölçülmüştür. Her iki sistemde de MP bağlı bakteri düzeylerinin serbest forma kıyasla daha yavaş azalması, mikroplastik yüzeylerinde oluşan biyofilmlerin mikrobiyal kolonizasyonu teşvik ettiğini ve mikroorganizmalar için koruyucu bir ortam sağladığını göstermektedir.



Şekil 4.16 YOİ ve DOİ Sentetik Atıksu Sistemlerinde Mikroplastiklere Tutunan *E. coli* ve HAB Düzeylerinin Haftalara Göre Değişimi [$\log_{10}$ (KOB/ml)]

4.1.2.7 İstatistiksel Analizler

Yüksek (YOİ) ve düşük (DOİ) organik içerikli sistemlerde, serbest *E. coli* konsantrasyonları zamanla anlamlı artış göstermiştir. YOİ sisteminde, serbest *E. coli* konsantrasyonları 2. günden 16. güne kadar belirgin bir artış kaydetmiş (ANOVA, $F(4,10)=45,12$, $p<0,001$), en yüksek değer 16. günde $\log_{10} 8,04\pm0,04$ olarak kaydedilirken, DOİ sisteminde bu zirve $\log_{10} 5,81\pm0,07$ ile sınırlı kalmıştır (ANOVA, $F(4,10)=22,34$, $p<0,001$). Serbest HAB düzeyleri de YOİ (ANOVA, $F(4,10)=38,4$, $p<0,001$) ve DOİ (ANOVA, $F(4,10)=17,28$, $p<0,001$) sistemlerinde zamanla anlamlı artışlar sergilemiştir. Bonferroni düzeltmeli analizler, 2. ve 3. haftalar arasındaki artışların her iki sistem için de istatistiksel olarak anlamlı olduğunu doğrulamıştır ($p < 0,005$).

Mikroplastiklere (MP) bağlı *E. coli* seviyeleri, YOİ (ANOVA, $F(4,10)=19,76$; $p<0,001$) ve DOİ (ANOVA, $F(4,10)=8,92$, $p=0,002$) sistemlerinde benzer şekilde zamanla artış gösterirken, MP bağlı HAB düzeyleri de YOİ (ANOVA, $F(4,10)=25,10$, $p<0,001$) ve DOİ (ANOVA, $F(4,10)=10,34$, $p=0,001$) sistemlerinde önemli ölçüde yükselmiştir.

30. günde, YOİ ($\log_{10} 5,80 \pm 0,09$) ve DOİ ($\log_{10} 4,90 \pm 0,12$) sistemleri arasındaki serbest *E. coli* farkı istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur (ANOVA, $F(1,4)=62,50$, $p<0,001$; bağımsız örneklem t-testi, $t(4)=7,31$, $p=0,002$). MP bağlı HAB seviyeleri ise 16. günde YOİ ($\log_{10} 8,80 \pm 0,06$) ve DOİ ($\log_{10} 8,08 \pm 0,12$) arasında belirgin bir farklılık göstermiştir (ANOVA, $F(1,4)=34,76$, $p<0,001$; bağımsız örneklem t-testi, $t(4)=5,89$, $p=0,003$).

Mikroplastik etkisi incelendiğinde, 30. gün serbest HAB düzeyleri MP içeren YOİ sisteminde ($\log_{10} 6,30 \pm 0,13$), kontrol grubuna ($\log_{10} 6,28 \pm 0,12$) kıyasla anlamlı derecede yüksek çıkmıştır. (ANOVA, $F(1,4)=17,20$, $p<0,005$; t-testi, $t(4)=4,12$, $p=0,005$). MP bağlı *E. coli* düzeyleri ise 16. günde YOİ ($\log_{10} 8,36 \pm 0,14$) ile DOİ ($\log_{10} 6,28 \pm 0,12$) arasında belirgin bir fark sergilemiştir (ANOVA, $F(1,4)=81,36$, $p<0,001$; t-testi, $t(4)=9,02$, $p<0,001$).

Mikroplastikli sistemler ile kontrol grupları karşılaştırıldığında, YOİ sistemlerinde 16. ve 30. günlerde MP bağlı *E. coli* düzeyleri (sırasıyla $\log_{10} 8,08 \pm 0,05$ ve $6,75 \pm 0,09$), filtrelenmiş kontrol grubundan ($\log_{10} 5,89 \pm 0,07$ ve $5,51 \pm 0,08$) istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksekti (t-testi, $t(4)=24,7$, $p<0,001$; $t(4)=9,3$, $p<0,001$). DOİ sisteminde de 16. gün MP bağlı *E.coli* ($\log_{10}=7,30 \pm 0,08$), kontrol grubuna ($\log_{10} 5,89 \pm 0,07$) kıyasla belirgin şekilde yüksektir ($t(4)=14,6$, $p<0,001$). HAB düzeyleri açısından, YOİ sisteminde 16. günde $\log_{10} 8,80 \pm 0,06$ ile kontrol grubundaki $\log_{10} 6,73 \pm 0,10$ arasındaki fark ($t(4)=18,3$, $p<0,001$), DOİ sistemlerinde ise $\log_{10} 8,08 \pm 0,09$ ile $\log_{10} 6,73 \pm 0,10$ arasındaki fark ($t(4)=10,2$, $p=0,002$) istatistiksel olarak anlamlıydı.

Genel olarak hem serbest hem MP bağlı *E. coli* ve HAB düzeyleri 16. günde en yüksek değerlere ulaşmış, 30. günde azalma eğilimi göstermiştir. Bununla beraber, MP bağlı bakterilerde düşüş hızı, serbest bakterilere kıyasla belirgin şekilde yavaş olmuştur ($p<0,005$). Bu bulgular, yüksek organik içerikli ortamlarda bakteriyel çoğalmanın hızlandığını ve mikroplastiklerin bakteriler için uzun süreli kolonizasyon ortamı sağladığını ve biyofilm oluşumu ile mikrobiyal direnci artırdığını istatistiksel olarak desteklemektedir.

4.1.3 dNF Sistemi Öncesi ve Sonrasında ReaktörX (15L) Sentetik Atıksuyu ile Gerçek Konvansiyonel ve İleri (MBR) Evsel Arıtma Atıksu Sistemlerinde *E. coli* ve HAB Gelişim/ Değişim Düzeyleri ve dNF Giderim Oranları %

Laboratuvar ölçekli çok katmanlı boşluklu fiber nanofiltrasyon (dNF) pilot sisteminde, Reaktör X sentetik atıksu, Konvansiyonel evsel AAT çıkış suyu, MBR ile arıtılmış atıksu ve kontrol grubuna ait dNF öncesi/sonrası ve serbest/ MP Bağlı *E. coli* ve HAB düzeyleri Tablo 4.8'de sunulmuştur. Giderim verimlerinin karşılaştırılabilmesi amacıyla KOB/100 ml olarak ölçülen MP bağlı bakteri düzeyleri Bölüm 3.5.2.2'de detayları paylaşıldığı üzere KOB/ml'ye dönüştürülmüş ve tüm veriler logaritmik ölçekte ifade edilmiştir. Logaritmik hesaplamalar ve giderim oranları, Bölüm 3.5.2.2'de açıklandığı şekilde standart bir metodoloji ile belirlenmiştir.

Bununla beraber, çalışmalar sırasında, deney sistemlerindeki koşulların kontrolü amacıyla çözünmüş oksijen, iletkenlik, tuzluluk, sıcaklık, pH ölçüm değerleri ölçülmüştür.

Tablo 4.8 dNF Öncesi ve Sonrası Serbest/MP Bağlı *E.coli* ve HAB Düzeyleri [Log_{10} (KOB/ml)] ve Giderim %

Grup			dNF Önce ($\pm$ SD)	Log_{10} dNF Önce ($\pm$ SD)	dNF Sonra ($\pm$ SD)	Log_{10} dNF Sonra ($\pm$ SD)	dNF Giderim ($\pm$ SD) (%)	Log_{10} dNF Giderim ($\pm$ SD)
Reaktör X	<i>E.coli</i>	Serbest KOB/ml	$1,7 \pm 0,3 \times 10^6$	$6,23 \pm 0,08$	$2,3 \pm 0,1 \times 10^2$	$2,36 \pm 0,02$	$99,986 \pm 0,004\%$	$3,87 \pm 0,08$
	<i>E.coli</i>	MP Bağlı KOB/ml	$2,8 \pm 0,4 \times 10^6$	$6,45 \pm 0,06$	$3,2 \pm 0,2 \times 10^2$	$2,51 \pm 0,03$	$99,988 \pm 0,003\%$	$3,94 \pm 0,07$
	HAB	Serbest KOB/ml	$2,3 \pm 0,5 \times 10^6$	$6,36 \pm 0,10$	$3,1 \pm 0,2 \times 10^2$	$2,49 \pm 0,03$	$99,987 \pm 0,003\%$	$3,87 \pm 0,10$
	Sentetik Atıksu	MP Bağlı KOB/ml	$5,1 \pm 0,4 \times 10^6$	$6,71 \pm 0,04$	$3,6 \pm 0,2 \times 10^2$	$2,56 \pm 0,03$	$99,993 \pm 0,002\%$	$4,15 \pm 0,05$
Konvansiyonel	<i>E.coli</i>	Serbest KOB/ml	$3,8 \pm 1,4 \times 10^6$	$6,58 \pm 0,16$	$1,2 \pm 0,1 \times 10^2$	$2,08 \pm 0,04$	$99,997 \pm 0,001\%$	$4,50 \pm 0,16$
	<i>E.coli</i>	MP Bağlı KOB/ml	$7,7 \pm 1,0 \times 10^6$	$6,89 \pm 0,06$	$1,3 \pm 0,1 \times 10^2$	$2,11 \pm 0,04$	$99,998 \pm 0,001\%$	$4,78 \pm 0,07$
	Gerçek konvansiyonel atıksu arıtma tesisi çıkış suyu	HAB	$5,4 \pm 0,4 \times 10^6$	$6,73 \pm 0,03$	$1,6 \pm 0,1 \times 10^2$	$2,20 \pm 0,03$	$99,997 \pm 0,001\%$	$4,53 \pm 0,04$
		HAB	$9,2 \pm 1,0 \times 10^6$	$6,96 \pm 0,05$	$3,2 \pm 0,2 \times 10^2$	$2,51 \pm 0,03$	$99,997 \pm 0,001\%$	$4,45 \pm 0,06$
MBR	<i>E.coli</i>	Serbest KOB/ml	$2,3 \pm 0,3 \times 10^5$	$5,36 \pm 0,06$	$1,0 \pm 0,1 \times 10^2$	$2,02 \pm 0,04$	$99,954 \pm 0,010\%$	$3,34 \pm 0,07$
	<i>E.coli</i>	MP Bağlı KOB/ml	$4,1 \pm 0,3 \times 10^5$	$5,61 \pm 0,03$	$1,2 \pm 0,2 \times 10^2$	$2,08 \pm 0,08$	$99,971 \pm 0,006\%$	$3,53 \pm 0,09$
	Gerçek ileri (MBR) evsel atıksu arıtma tesisi çıkış suyu	HAB	$5,6 \pm 0,3 \times 10^5$	$5,75 \pm 0,03$	$2,1 \pm 0,2 \times 10^2$	$2,32 \pm 0,04$	$99,962 \pm 0,005\%$	$3,43 \pm 0,05$
		HAB	$8,9 \pm 0,8 \times 10^5$	$5,95 \pm 0,04$	$2,5 \pm 0,2 \times 10^2$	$2,40 \pm 0,04$	$99,972 \pm 0,004\%$	$3,55 \pm 0,06$
KONTROL (İçerisinde MNP yoktur)	<i>E.coli</i>	Serbest KOB/ml	$1,5 \pm 0,3 \times 10^6$	$6,18 \pm 0,09$	$2,0 \pm 0,1 \times 10^2$	$2,30 \pm 0,02$	$99,987 \pm 0,003\%$	$3,88 \pm 0,09$
	<i>E.coli</i>	Filtrenilmiş KOB/ml	$1,8 \pm 0,1 \times 10^6$	$6,26 \pm 0,03$	$2,1 \pm 0,1 \times 10^2$	$2,32 \pm 0,02$	$99,988 \pm 0,002\%$	$3,94 \pm 0,04$
	HAB	Serbest KOB/ml	$2,0 \pm 0,2 \times 10^6$	$6,30 \pm 0,05$	$2,2 \pm 0,1 \times 10^2$	$2,34 \pm 0,02$	$99,989 \pm 0,002\%$	$3,96 \pm 0,05$
	HAB	Filtrenilmiş KOB/ml	$2,4 \pm 0,3 \times 10^6$	$6,38 \pm 0,06$	$2,4 \pm 0,2 \times 10^2$	$2,38 \pm 0,04$	$99,990 \pm 0,001\%$	$4,00 \pm 0,07$

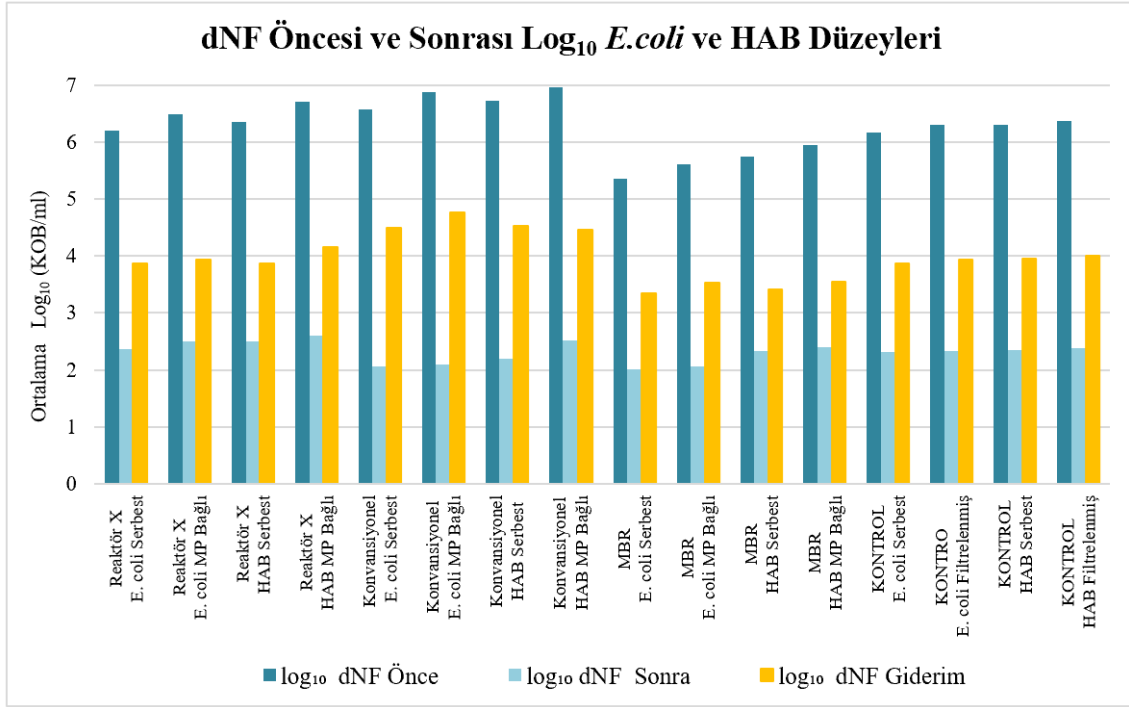
Reaktör X sentetik atıksu sisteminde, serbest *E. coli* düzeyi dNF öncesi $1,7 \pm 0,3 \times 10^6$ KOB/ml iken, dNF sonrası bu değer ortalama $2,3 \pm 0,1 \times 10^2$ KOB/ml'ye kadar düşmüş ve % $99,986 \pm 0,004$ (log_{10} $3,87 \pm 0,08$) giderim sağlanmıştır. MP'ye bağlı *E. coli* düzeyi de $2,8 \pm 0,4 \times 10^6$ KOB/ml'den $3,2 \pm 0,2 \times 10^2$ KOB/ml'ye düşerek % $99,988 \pm 0,003$ (log_{10} $3,94 \pm 0,07$) giderim elde edilmiştir. Atıksudaki serbest HAB, $2,3 \pm 0,5 \times 10^6$ KOB/ml'den $3,1 \pm 0,2 \times 10^2$ KOB/ml'ye düşerek % $99,987 \pm 0,003$ (log_{10} $3,87 \pm 0,10$); MP bağlı HAB ise $5,1 \pm 0,4 \times 10^6$ KOB/ml'den $3,6 \pm 0,2 \times 10^2$ KOB/ml'ye düşerek % $99,993 \pm 0,002$ (log_{10} $4,15 \pm 0,05$) giderim göstermiştir.

Konvansiyonel evsel atıksu örneğinde, serbest *E. coli* düzeyi $3,8\pm1,4\times10^6$ KOB/ml'den $1,2\pm0,1\times10^2$ KOB/ml'ye düşmüş ve % 99,997 $\pm$ 0,001 ($\log_{10}$ 4,50 $\pm$ 0,16) giderim elde edilmiştir. MB'ye bağlı *E. coli* için bu değerler $7,7\pm1,0\times10^6$ KOB/ml'den $1,3\pm0,1\times10^2$ KOB/ml'ye düşerek %99,998 $\pm$ 0,001 ($\log_{10}$ 4,78 $\pm$ 0,07) giderim elde edilmiştir. Atıksudaki serbest HAB için $5,4\pm0,4\times10^6$ KOB/ml'den $1,6\pm0,1\times10^2$ KOB/ml'ye düşerek %99,997 $\pm$ 0,001 ($\log_{10}$ 4,53 $\pm$ 0,04)ve MP bağlı HAB için $9,2\pm1,0\times10^6$ KOB/ml'den $3,2\pm0,2\times10^2$ KOB/ml'ye düşerek % 99,997 $\pm$ 0,001 ($\log_{10}$ 4,45 $\pm$ 0,06) giderim sağlanmıştır.

MBR evsel atıksu örneğinde, serbest *E. coli* düzeyi $2,3\pm0,3\times10^5$ KOB/ml'den $1,0\pm0,1\times10^2$ KOB/ml'ye kadar gerilemiş (% 99,954 $\pm$ 0,010; $\log_{10}$ 3,34 $\pm$ 0,07 giderim), MP'ye bağlı *E. coli* ise $4,1\pm0,3\times10^5$ KOB/ml'den $1,2\pm0,2\times10^2$ KOB/ml'ye azalmış ve giderim oranı % 99,971 $\pm$ 0,006 ($\log_{10}$ 3,53 $\pm$ 0,09) olarak hesaplanmıştır. Atıksudaki serbest HAB düzeyi $5,6\pm0,3\times10^5$ KOB/ml'den $2,1\pm0,2\times10^2$ KOB/ml'ye düşerek %99,962 $\pm$ 0,005 ($\log_{10}$ 3,43 $\pm$ 0,05) ve MP bağlı HAB için $8,9\pm0,8\times10^5$ KOB/ml'den $2,5\pm0,2\times10^2$ KOB/ml'ye düşerek % 99,972 $\pm$ 0,004 ($\log_{10}$ 3,55 $\pm$ 0,06) giderim sağlanmıştır.

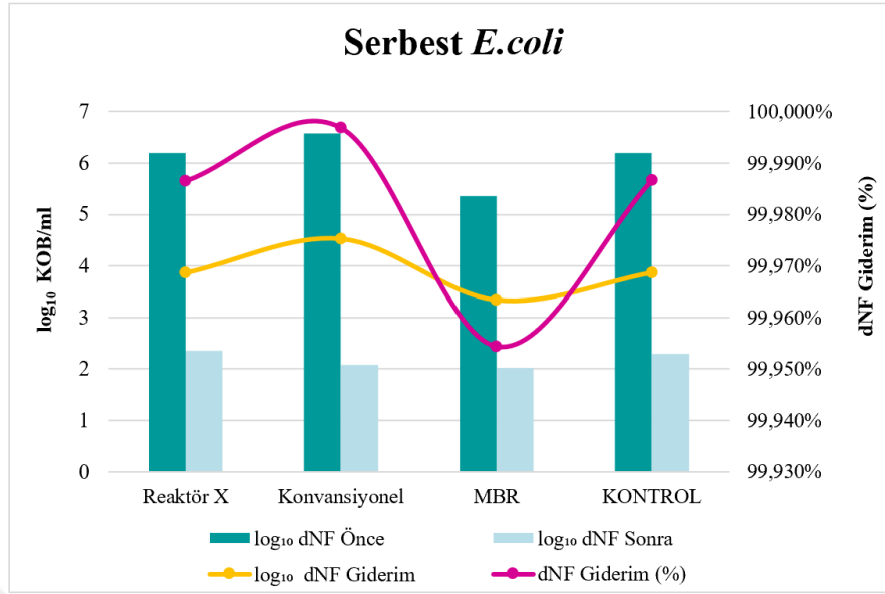
Kontrol grubunda, MP içermeyen sentetik atıksuda inoküle edilmiş serbest *E. coli*, $1,5\pm0,3\times10^6$ KOB/ml'den $2,0\pm0,1\times10^2$ KOB/ml'ye düşmüş ve %99,987 $\pm$ 0,003 ($\log_{10}$ 3,88 $\pm$ 0,09) giderim sağlanmıştır. Filtrelenmiş örneklerde bu değer $1,8\pm0,1\times10^6$ KOB/ml'den $2,1\pm0,1\times10^2$ KOB/ml'ye düşerek %99,988 $\pm$ 0,002 ($\log_{10}$ 3,94 $\pm$ 0,04)giderim elde edilmiştir. Atıksudaki serbest HAB düzeyi ise $2,0\pm0,2\times10^6$ KOB/ml'den $2,2\pm0,1\times10^2$ KOB/ml'ye düşerek %99,989 $\pm$ 0,002 ($\log_{10}$ 3,96 $\pm$ 0,05) ve filtrelenmiş HAB düzeyi $2,4\pm0,3\times10^6$ KOB/ml'den $2,4\pm0,2\times10^2$ KOB/ml'ye düşerek % 99,990 $\pm$ 0,001 ($\log_{10}$ 4,00 $\pm$ 0,07) giderim hesaplanmıştır.

Tüm deney sistemlerinin, laboratuvar ölçekli çok katmanlı direkt nanofiltrasyon membran sisteminden (dNF) geçirilmeden önce ve sonrasında, üç tekrarlı olarak elde edilen serbest ve mikroplastiklere bağlı *E. coli* ve HAB ortalama düzeylerinin grafiksel değişimi ve dNF giderim verileri (Şekil 4.17, Şekil 4.18, Şekil 4.19, Şekil 4.20, Şekil 4.21) aşağıda yer alan grafiklerde gösterilmiştir.



Şekil 4.17 dNF Sistemi Öncesi ve Sonrası log₁₀ Dönüşümlü *E. coli* ve HAB log₁₀ (KOB/ml) Düzeylerinin Karşılaştırılması

Şekil 4.17’te her bir grup ve kategori için dNF sistemine giriş ve çıkış log₁₀ *E. coli* ve HAB düzeylerinin karşılaştırmalı olarak sunulmuştur. Görselden de anlaşılacağı üzere, tüm gruplarda *E. coli* ve HAB düzeylerinde ciddi bir azalma gerçekleşmiştir. En yüksek azalma Reaktör X ve Konvansiyonel gruplarında gözlenmiş, MBR grubunda ise başlangıçta düşük bakteri düzeyine rağmen giderim oranları % 99’un üzerinde gerçekleşmiştir. Kontrol grubunda, deney grupları ile paralel oranda *E. coli* ve HAB düzeylerinde azalma gözlenmiştir.



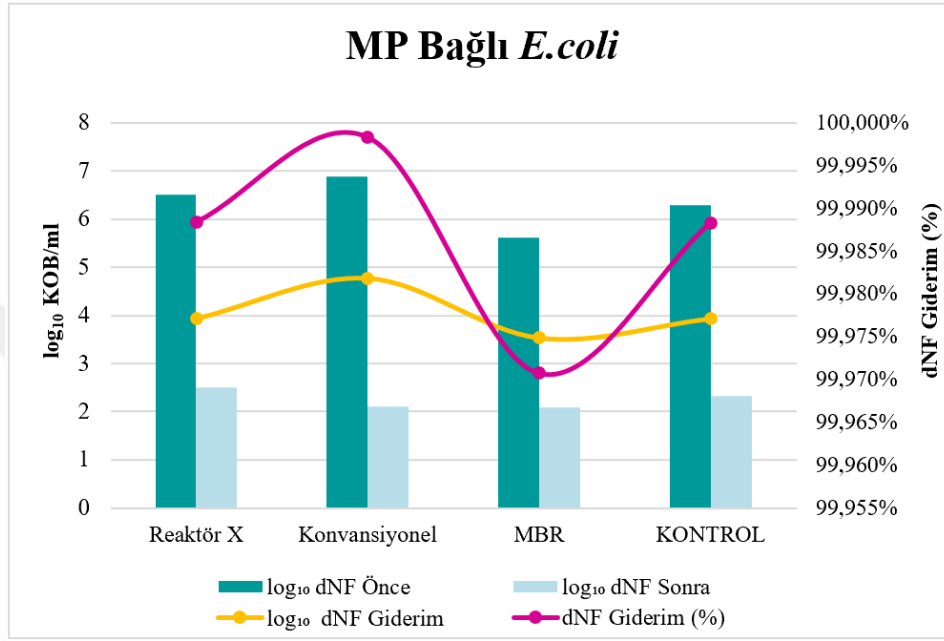
Şekil 4.18 Serbest *E. coli* İçin Gruplar Arası dNF Öncesi ve Sonrası log₁₀ (KOB/ml) Düzeylerinin Kıyaslanması

Şekil 4.18’de Reaktör X, Konvansiyonel, MBR ve Kontrol gruplarına ait serbest fazdaki *Escherichia coli* (*E. coli*) düzeyinin dNF uygulaması öncesi ve sonrası log₁₀ dönüşümlü değerleri karşılaştırmalı olarak sunulmuştur. Bu grafik, bakterilerin doğrudan atıksuda bulunan fraksiyonuna odaklanarak, dNF sisteminin serbest mikrobiyal düzey üzerindeki etkisini ortaya koymaktadır.

Reaktör X ve Konvansiyonel sistemlerde, dNF öncesi log₁₀ > 6,2 seviyelerinde tespit edilen serbest *E. coli* yoğunluğu, dNF çıkışında log₁₀ < 2,4 seviyelerine kadar düşürülmüş; bu da her iki sistemde de % 99,99 düzeyine yakın bir giderim oranı sağlandığını göstermektedir. Bu başarı, sistemin yüksek kontaminasyon yükü taşıyan atıksu örneklerinde dahi etkin bir mikrobiyolojik bariyer işlevi gördüğünü ortaya koymaktadır.

MBR grubunda, dNF öncesi serbest *E. coli* yoğunluğu log₁₀ 5,36±0,06 seviyesinde olup, bu değer sistemin ileri arıtım çıkış suyu olması nedeniyle beklenenin altında kalmıştır. Ancak dNF uygulaması sonrası log₁₀ 2,02±0,04’ye kadar düşüş gerçekleşmiş ve bu da % 99,95±0,010 giderim oranı ile sistemin düşük mikrobiyal yük koşullarında da aynı yüksek verimlilikle çalışabildiğini göstermiştir. Bu durum, dNF’in yalnızca yüksek kirli yüklerde değil, ileri arıtım sistemlerinden gelen çıkış sularında da etkinlik gösterebildiğini doğrulamaktadır.

Kontrol grubunda ise sentetik olarak *E. coli* ile aşılanmış ve mikroplastik içermeyen örneklerde, başlangıç seviyesi $\log_{10} 6,18 \pm 0,09$ olarak belirlenmiş ve dNF sonrası $\log_{10} 2,30 \pm 0,02$ seviyesine düşmüştür. $\%99,987 \pm 0,003$ 'e yakın bu giderim, sistemin mikrobiyolojik yükün karakterinden bağımsız olarak yüksek verimlilikle çalışabildiğini ortaya koymaktadır.



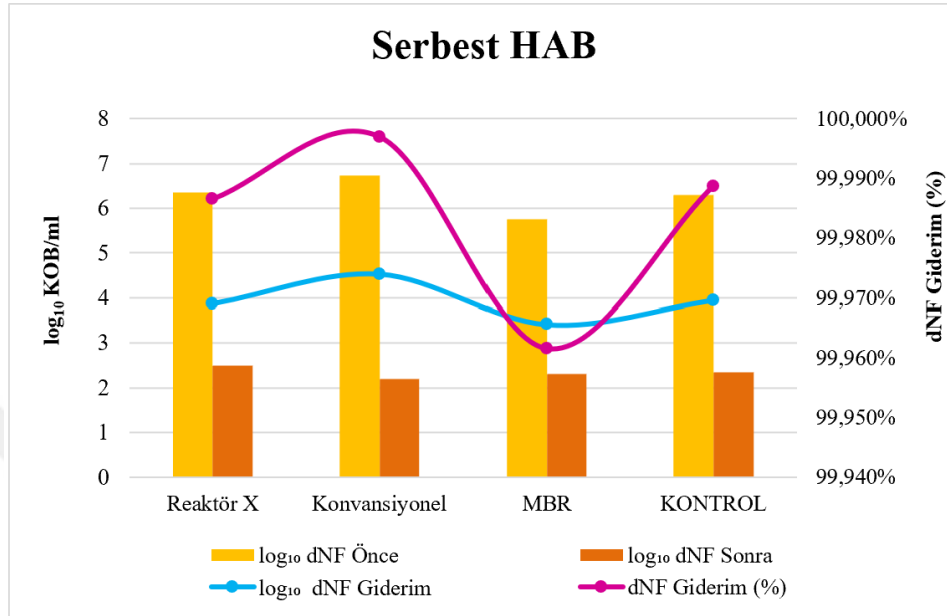
Şekil 4.19 MP Bağlı *E. coli* İçin Gruplar Arası dNF Öncesi ve Sonrası $\log_{10}$ (KOB/ml) Düzeylerinin Kıyaslanması

Şekil 4.19’de, mikroplastik yüzeyine tutunan *Escherichia coli* bakterilerinin dNF öncesi ve sonrası $\log_{10}$ dönüşümlü konsantrasyonları, farklı atıksu grupları için karşılaştırmalı olarak sunulmaktadır. Grafik, dNF sisteminin mikroplastik bağlı bakterileri uzaklaştırma kapasitesini değerlendirmek amacıyla oluşturulmuştur.

Tüm atıksu numunelerinde dNF sonrası $\log_{10}$ düzeyinde belirgin azalma gözlenmiştir. Özellikle Reaktör X ve Konvansiyonel sistemlerde başlangıçta $\log_{10} > 6,45 \pm 0,06$ (Reaktör X) ve $6,89 \pm 0,06$ (Konvansiyonel) olan *E. coli* düzeylerinin, dNF sonrasında $\log_{10} 2,51 \pm 0,03$ ve $2,11 \pm 0,04$ seviyelerine düşmesiyle, $\% 99,99$ ’un üzerinde bir giderim oranı elde edilmiştir. Bu durum, mikroplastiklere tutunan bakterilerin dahi direkt nanofiltrasyon sistemiyle yüksek verimle uzaklaştırılabildiğini göstermektedir.

MBR sisteminde ise başlangıç *E. coli* düzeyi diğer gruplara göre nispeten daha düşük ($\log_{10} 5,61 \pm 0,03$) olmasına rağmen, dNF çıkışında elde edilen $\log_{10} 2,08 \pm 0,08$ seviyesi ile benzer

düzeyde bir giderim başarısı sağlanmıştır. Bu, sistemin düşük başlangıç yüküyle gelen mikroplastik kaynaklı kontaminasyonlarda da aynı yüksek verimi koruduğunu göstermektedir.

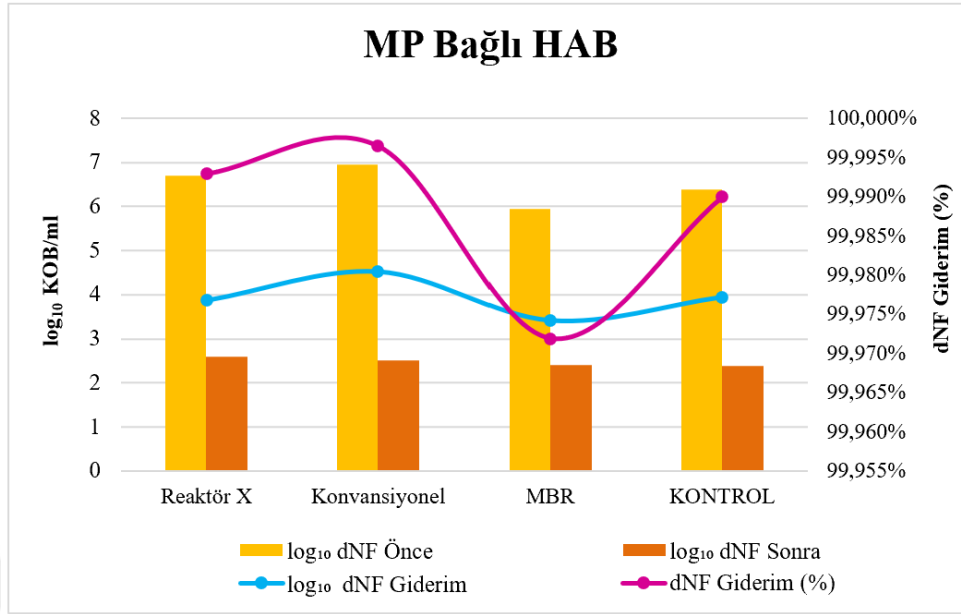


Şekil 4.20 Serbest HAB İçin Gruplar Arası dNF Öncesi ve Sonrası log₁₀ (KOB/ml) Düzeylerinin Kıyaslanması

Şekil 4.20’de Reaktör X ve Konvansiyonel gruplarında, başlangıçta log₁₀ > 6,71±0,04 (Reaktör X) ve 6,96±0,05 (Konvansiyonel) seviyelerinde bulunan MP bağlı HAB düzeylerinin, dNF sonrası log₁₀ 2,56±0,03 ve 2,51±0,03 seviyelerine düştüğü gözlenmektedir. Bu sonuç, sistemin yüksek kontaminasyon koşullarında dahi oldukça etkin çalıştığını göstermektedir.

MBR sisteminde, HAB başlangıç düzeyleri diğer gruplara kıyasla daha düşük olmasına (log₁₀ 5,95±0,04) rağmen, dNF sonrası benzer şekilde düşüş sağlanarak çıkış değerleri log₁₀ 2,40±0,04 seviyelerine indirgenmiştir. Bu bulgu, sistemin düşük başlangıç yüklerinde de aynı etkinliği koruyabildiğini ortaya koymaktadır.

Kontrol grubunda, *E.coli* ve HAB gideriminin yüksek olması, dNF sisteminin mikroplastik içermeyen ortamlarda da etkili bir şekilde çalıştığını ortaya koymuştur. Tüm gruplarda % 99,96’nın üzerinde gerçekleşen giderim oranları, bakteriyel yükün neredeyse tamamen tutulduğunu göstermektedir.



Şekil 4.21 MP Bağlı HAB İçin Gruplar Arası dNF Öncesi ve Sonrası log₁₀ (KOB/ml) Düzeylerinin Kıyaslanması

Şekil 4.21’de Reaktör X, Konvansiyonel, MBR ve Kontrol gruplarında mikroplastik (MP) yüzeyine tutunmuş toplam heterotrofik aerobik bakteri (HAB) düzeyinin dNF öncesi ve sonrası ölçülen log₁₀ dönüşümlü KOB/ml değerlerini karşılaştırmalı olarak göstermektedir. Bu gösterim, mikroplastik-bakteri etkileşimini dikkate alarak dNF sisteminin yüzeye bağlı biyolojik yükü ne ölçüde azaltabildiğini değerlendirmeyi amaçlamaktadır.

Reaktör X ve Konvansiyonel sistemlerde, başlangıçta log₁₀ > 6,71±0,04 (Reaktör X) ve 6,96±0,05 (Konvansiyonel) seviyelerinde tespit edilen MP bağlı HAB düzeyi, dNF filtrasyonu sonrası log₁₀ 2,56±0,03 ve 2,51±0,03 düzeylerine kadar düşürülmüştür. Her iki sistemde de giderim oranları % 99,99’un üzerine çıkarak, dNF sisteminin mikroplastik kaynaklı mikrobiyal bulaş riskini önemli ölçüde engellediğini ortaya koymuştur.

MBR sistemine ait örneklerde, başlangıç log₁₀ değeri diğer gruplara göre daha düşük (5,95±0,04) olmasına karşın, çıkışta benzer şekilde log₁₀ 2,40±0,04 seviyelerine düşüş gözlenmiştir.

Kontrol grubu verileri, sistemin mikroplastik içermeyen ortamlarda da yüksek hassasiyetle çalıştığını doğrulamaktadır. MP içermemesine rağmen bu grupta simüle edilen MP bağlı bakteri

modelinde de $\log_{10} 6,38 \pm 0,06$ seviyesindeki başlangıç değerleri, dNF çıkışında $\log_{10} 2,38 \pm 0,04$ seviyelerine inmiştir.

4.1.3.1 İstatistiksel Analizler

Laboratuvar ölçekli dNF sisteminin *E. coli* ve HAB giderim performansı, ReaktörX sentetik atıksu, Konvansiyonel evsel atıksu, MBR ile arıtılmış atıksu ve MP içermeyen kontrol grubunda üç tekrarlı deneylerle test edilmiştir. Tüm gruplarda dNF öncesi ve sonrası $\log_{10}$ değerleri arasındaki farklar, bağımsız örneklem t-testi ile analiz edilmiş ve $p < 0,001$ düzeyinde istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur.

Reaktör X sentetik atıksu sisteminde, serbest *E. coli* düzeyi dNF öncesi $\log_{10} 6,20 \pm 0,07$ iken, dNF sonrası $2,36 \pm 0,02$ seviyesine düşmüştür ($t(4)=86,3$; $p<0,001$). Serbest HAB için bu değerler $6,36 \pm 0,09$ 'dan $2,49 \pm 0,03$ 'e gerilemiş ($t(4)=87,25$; $p<0,001$), mikroplastik (MP) bağlı *E. coli* $6,45 \pm 0,08$ 'den $2,50 \pm 0,03$ 'e ($t(4)=79,1$; $p<0,001$) ve MP bağlı HAB $6,71 \pm 0,03$ 'ten $2,60 \pm 0,03$ 'e ($t(4)=206,5$; $p<0,001$) azalmıştır.

Konvansiyonel evsel atıksuda, serbest *E. coli* $\log_{10}$ değeri dNF öncesi $6,58 \pm 0,16$ 'dan sonrasında $2,08 \pm 0,04$ 'e ($t(4)=53,44$; $p<0,001$) düşerken, MP bağlı *E. coli* $6,89 \pm 0,05$ 'ten $2,11 \pm 0,03$ 'e ($t(4)=160,58$; $p<0,001$) gerilemiştir. Serbest HAB $6,73 \pm 0,03$ 'ten $2,20 \pm 0,03$ 'e ($t(4)=215,34$; $p<0,001$) ve MP bağlı HAB $6,96 \pm 0,05$ 'ten $2,51 \pm 0,03$ 'e ($t(4)=197,79$; $p<0,001$) düşmüştür.

MBR ile arıtılmış atıksu sisteminde, serbest *E. coli* $\log_{10}$ değeri $5,36 \pm 0,06$ 'dan $2,02 \pm 0,04$ 'e ($t(4)=93,97$; $p<0,001$), MP bağlı *E. coli* $5,61 \pm 0,03$ 'ten $2,08 \pm 0,07$ 'ye ($t(4)=47,65$; $p<0,001$) azalmıştır. Serbest HAB $5,75 \pm 0,02$ 'den $2,32 \pm 0,04$ 'e ($t(4)=113,91$; $p<0,001$) ve MP bağlı HAB $5,95 \pm 0,04$ 'ten $2,40 \pm 0,07$ 'ye ($t(4)=135,10$; $p<0,001$) düşüş göstermiştir.

Kontrol grubunda (MP içermeyen), serbest *E. coli* $\log_{10}$ değeri $6,18 \pm 0,09$ 'dan $2,30 \pm 0,02$ 'ye ($t(4)=80,89$; $p<0,001$), MP bağlı *E. coli* $6,30 \pm 0,02$ 'den $2,32 \pm 0,02$ 'ye ($t(4)=180,00$; $p<0,001$) gerilemiştir. Serbest HAB $6,30 \pm 0,04$ 'ten $2,34 \pm 0,02$ 'ye ($t(4)=136,19$; $p<0,001$) ve MP bağlı HAB $6,38 \pm 0,05$ 'ten $2,38 \pm 0,04$ 'e ($t(4)=115,56$; $p<0,001$) düşmüştür.

Tüm gruplarda dNF sistemi, *E. coli* ve HAB düzeylerinde %99,95-99,99 aralığında giderim sağlamış ve bu sonuçlar istatistiksel olarak anlamlılık göstermiştir ($p < 0,001$). Bu bulgular,

dNF membran teknolojisinin yüksek verimlilikle çalıştığını ve mikroplastik-bakteri etkileşimlerini etkin şekilde azalttığını ortaya koymaktadır.

4.1.4 dNF Öncesi ve Sonrasında Farklı Filtrelerle İzole Edilen Mikroplastik-İlişkili Bakteri Düzeylerinin Karşılaştırmalı Analizi

Bu çalışmada, mikroplastik (MP) yüzeylerine tutunan *Escherichia coli* (*E. coli*) ve toplam heterotrofik aerobik bakteri (HAB) düzeylerinin fiziksel ayrıştırılabilirliği ile giderim verimlerinin belirlenmesi amacıyla, farklı por açıklıklarına sahip membran filtreler (1,6 μm , 1,0 μm , 0,7 μm , 0,45 μm , 0,2 μm) kullanılarak kademeli mikrofiltrasyon deneyleri gerçekleştirilmiştir. Araştırma kapsamında, Reaktör X sentetik atıksuyu, konvansiyonel evsel AAT deşarj suyu (Konvansiyonel) ve ileri arıtmalı membran biyoreaktör (MBR) sistemlerinden alınan dNF öncesi ve sonrası atıksu örnekleri analiz edilmiştir. Farklı por boyutlarının *E. coli* ve HAB tutulumu ile MP partiküllerinden ayrıştırılma etkinliği sistematik olarak değerlendirilmiş; bu süreçteki giderim verimleri (%) ve $\log_{10}$ giderim Bölüm 3.5.3'te detaylandırılan denklemler (3.8; 3.9) kullanılarak hesaplanmıştır. Ayrıca, logaritmik ölçekteki standart sapma belirlemesi ve $\log_{10}$ giderim verimleri için Bölüm 3.5.2.2'de verilen denklemler (3.6; 3.7) kullanılmıştır.

Farklı filtre çalışmalarımızda referans olması amacıyla, standart bakteriyolojik analizlerde ve önceki çalışmalarımızda da kullanılan 0,45 μm 'lik por açıklığına sahip selüloz nitrat filtre (Sartorius) t_0 ile gösterilmiştir. Kontrol grubu baz değerleri (t_0) ile filtre performans sonuçları analitik olarak kıyaslanmış olup, her bir atıksu sistemi için bakteri giderim profilleri ve eğilimleri aşağıda sunulmuştur.

4.1.4.1 dNF Sistemi Öncesi Farklı Filtre Por Boyutları ile *E.coli* ve HAB Giderimi

Tablo 4.9 ve Tablo 4.10, dNF öncesi atıksu numunelerinde *E. coli* ile HAB düzeylerinin, 1,6 μm 'den 0,2 μm 'e küçülen filtre por çaplarında uygulanan kademeli mikrofiltrasyon sonucunda elde edilen tutulma oranlarını göstermektedir. Filtre giderim yüzdeleri bir önceki filtre basamağına göre hesaplanmıştır. Reaktör X (sentetik), Konvansiyonel ve MBR sistemlerinde filtreleme etkinliği hem ortalama KOB/100 ml hem de ortalama $\log_{10}$ (KOB/100ml) bazında değerlendirilmiştir.

Tablo 4.9 dNF Öncesi Sentetik (Reaktör X) ve Gerçek Atıksu (Konvansiyonel ve MBR) Sistemlerinde *E.coli* Giderimi için Por Açıklığına Bağlı Mikrofiltrasyon Verimliliği

Atıksu Numunesi	Filtre Por Açıklığı	<i>E. coli</i> dNF Önce KOB/100ml	<i>E.coli</i> dNF Önce log ₁₀ (KOB/100ml)	<i>E.coli</i> dNF Önce Filtre Giderim (%)	<i>E.coli</i> Giderim log ₁₀ (KOB/100ml)
Reaktör X	t ₀	3,6±0,6x10 ⁸	8,56±0,07	-	-
	1,6 µm	2,5±0,4x10 ⁸	8,40±0,07	30,56±9,72	0,16±0,03
	1,0 µm	1,3±0,1x10 ⁸	8,11±0,03	48,00±7,69	0,28±0,02
	0,7 µm	5,0±0,4x10 ⁷	7,70±0,03	61,54±7,69	0,41±0,03
	0,45 µm	2,0±0,5x10 ⁷	7,30±0,11	60,00±9,50	0,40±0,10
	0,2 µm	7,9±0,3x10 ⁶	6,90±0,02	60,50±3,80	0,40±0,02
Konvansiyonel	t ₀	7,6±0,4x10 ⁸	8,88±0,02	-	-
	1,6 µm	5,3±0,6x10 ⁸	8,72±0,05	30,26±9,53	0,16±0,05
	1,0 µm	3,0±0,4x10 ⁸	8,48±0,06	43,40±9,00	0,25±0,06
	0,7 µm	1,3±0,3x10 ⁸	8,11±0,10	56,67±5,38	0,36±0,10
	0,45 µm	5,0±0,4x10 ⁷	7,70±0,03	61,54±7,69	0,41±0,03
	0,2 µm	2,0±0,2x10 ⁷	7,30±0,04	60,00±5,00	0,40±0,04
MBR	t ₀	4,4±0,2x10 ⁷	7,64±0,02	-	-
	1,6 µm	3,1±0,3x10 ⁷	7,49±0,04	29,55±9,09	0,15±0,05
	1,0 µm	1,7±0,1x10 ⁷	7,23±0,03	45,16±5,88	0,26±0,05
	0,7 µm	7,5±0,3x10 ⁶	6,88±0,02	55,88±5,26	0,35±0,04
	0,45 µm	3,2±0,3x10 ⁶	6,51±0,04	57,33±9,38	0,37±0,05
	0,2 µm	1,3±0,4x10 ⁶	6,11±0,13	59,38±4,08	0,40±0,13

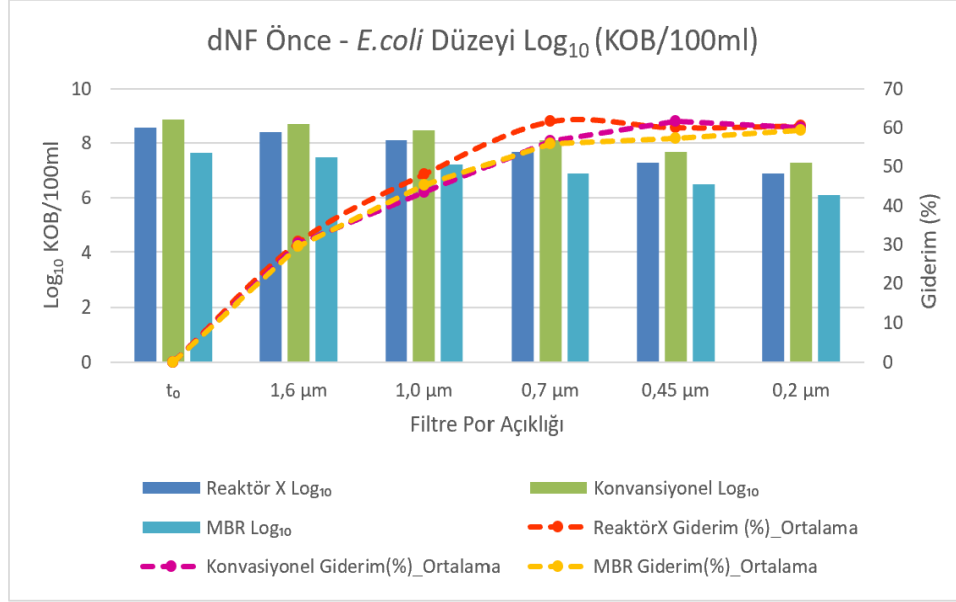
Reaktör X sentetik atıksu sistemine ait dNF öncesi atıksu örneğinde, MP'ye bağlı başlangıç (t₀) *E. coli* konsantrasyonu 3,6±0,6x10⁸ KOB/100 ml (log₁₀ 8,56±0,07), HAB konsantrasyonu ise 5,5±0,4x10⁸ KOB/100 ml (log₁₀ 8,74±0,03) olarak ölçülmüştür. Filtre por açıklığının azalmasıyla (1,6 µm'den 0,2 µm'ye) hem logaritmik giderim hem de yüzde giderim oranlarında artışlar gözlenmiştir (Tablo 4.9, Tablo 4.10).

Tablo 4.10 dNF Öncesi Sentetik (Reaktör X)ve Gerçek Atıksu (Konvansiyonel ve MBR) Sistemlerinde HAB Giderimi için Por Açıklığına Bağlı Mikrofiltrasyon Verimliliği

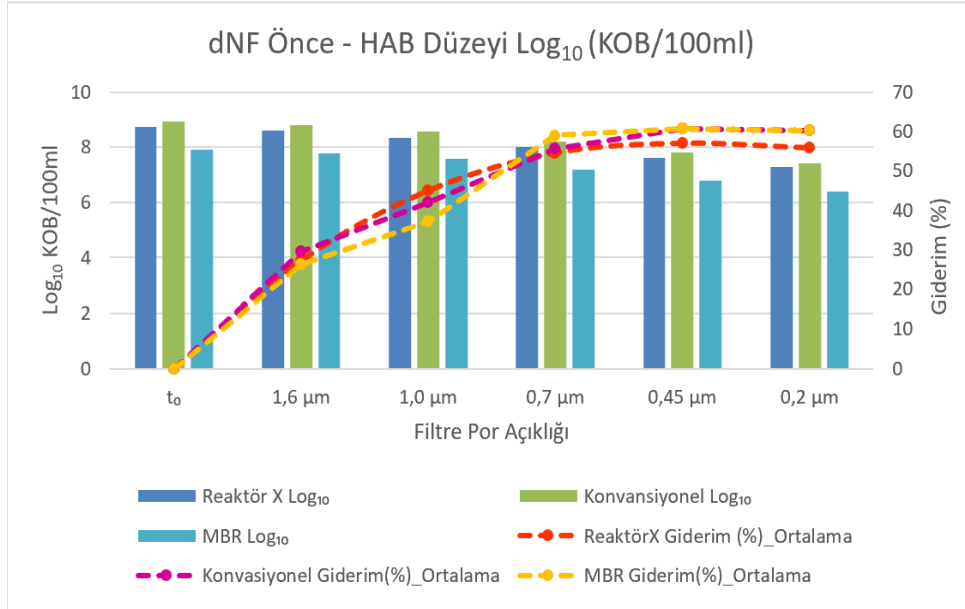
Atıksu Numunesi	Filtre Por Açıklığı	HAB dNF Önce KOB/100ml	HAB dNF Önce $\log_{10}$ (KOB/100ml)	HAB dNF Önce Filtre Giderim (%)	HAB Giderim $\log_{10}$ (KOB/100ml)
Reaktör X	t_0	$5,5\pm0,4\times10^8$	$8,74\pm0,03$	-	-
	1,6 μm	$4,0\pm0,3\times10^8$	$8,60\pm0,03$	$27,27\pm7,27$	$0,14\pm0,03$
	1,0 μm	$2,2\pm0,3\times10^8$	$8,34\pm0,06$	$45,00\pm8,18$	$0,26\pm0,05$
	0,7 μm	$1,0\pm0,1\times10^8$	$8,00\pm0,04$	$54,55\pm5,45$	$0,34\pm0,04$
	0,45 μm	$4,3\pm0,3\times10^7$	$7,63\pm0,03$	$57,00\pm6,98$	$0,37\pm0,05$
	0,2 μm	$1,9\pm0,3\times10^7$	$7,28\pm0,07$	$55,81\pm9,30$	$0,35\pm0,07$
Konvansiyonel	t_0	$8,8\pm0,4\times10^8$	$8,94\pm0,02$	-	-
	1,6 μm	$6,2\pm0,3\times10^8$	$8,79\pm0,02$	$29,55\pm5,45$	$0,15\pm0,03$
	1,0 μm	$3,6\pm0,3\times10^8$	$8,56\pm0,03$	$41,94\pm6,67$	$0,24\pm0,04$
	0,7 μm	$1,6\pm0,2\times10^8$	$8,20\pm0,06$	$55,56\pm7,14$	$0,35\pm0,06$
	0,45 μm	$6,3\pm0,3\times10^7$	$7,80\pm0,02$	$60,63\pm5,00$	$0,40\pm0,04$
	0,2 μm	$2,5\pm0,3\times10^7$	$7,40\pm0,06$	$60,32\pm6,67$	$0,40\pm0,06$
MBR	t_0	$8,4\pm0,3\times10^7$	$7,92\pm0,02$	-	-
	1,6 μm	$6,2\pm0,3\times10^7$	$7,79\pm0,02$	$26,19\pm6,82$	$0,13\pm0,03$
	1,0 μm	$3,9\pm0,4\times10^7$	$7,59\pm0,04$	$37,10\pm8,33$	$0,20\pm0,05$
	0,7 μm	$1,6\pm0,4\times10^7$	$7,20\pm0,08$	$58,97\pm6,50$	$0,39\pm0,10$
	0,45 μm	$6,1\pm0,3\times10^6$	$6,80\pm0,02$	$61,88\pm6,25$	$0,40\pm0,04$
	0,2 μm	$2,3\pm0,3\times10^6$	$6,40\pm0,06$	$62,30\pm7,83$	$0,40\pm0,06$

Reaktör X dNF öncesi atıksu örneğinde, 1,6 μm filtre sonrası, *E. coli* düzeyi $2,5\pm0,4\times10^8$ KOB/100 ml'ye, HAB düzeyi ise $4,0\pm0,3\times10^8$ KOB/100 ml'ye gerilemiş, giderim oranları sırasıyla % $30,56\pm9,72$ ($\log_{10}$ $0,16\pm0,03$) ve % $27,27\pm7,27$ ($\log_{10}$ $0,14\pm0,03$) olarak hesaplanmıştır. 1,0 μm filtrede bu oranlar *E. coli* için % $48,00\pm7,69$ ($\log_{10}$ $0,28\pm0,02$), HAB için % $45,00\pm8,18$ ($\log_{10}$ $0,26\pm0,05$)'e yükselmiştir. 0,7 μm filtrede *E.coli* konsantrasyonu $5,0\pm0,4\times10^7$ KOB/100 ml ($\log_{10}$ $7,70\pm0,03$) seviyesine düşerek % $61,54\pm7,69$ giderim sağlanmış; HAB için ise $1,0\pm0,1\times10^8$ KOB/100 ml ($\log_{10}$ $8,00\pm0,04$) ile % $54,55\pm5,45$ giderim elde edilmiştir. 0,45 μm filtrede ise *E. coli* giderimi % $60,00\pm9,50$ ($\log_{10}$ $0,40\pm0,10$), HAB giderimi % $57,00\pm6,98$ ($\log_{10}$ $0,37\pm0,05$)'e ulaşmıştır.

En yüksek giderim, 0,2 μm filtrede *E. coli* için % $60,50 \pm 3,80$ ($\log_{10}$ $6,90 \pm 0,02$) ve HAB için % $55,81 \pm 9,30$ ($\log_{10}$ $7,28 \pm 0,07$) olarak kaydedilmiştir (Şekil 4.22, Şekil 4.23).



Şekil 4.22 dNF Öncesi Sentetik (Reaktör X) ve Gerçek Atıksu (Konvansiyonel, MBR) Numunelerindeki *E.coli* Düzeyleri [$\log_{10}(\text{KOB}/100\text{ml})$] ve Giderim Oranları %



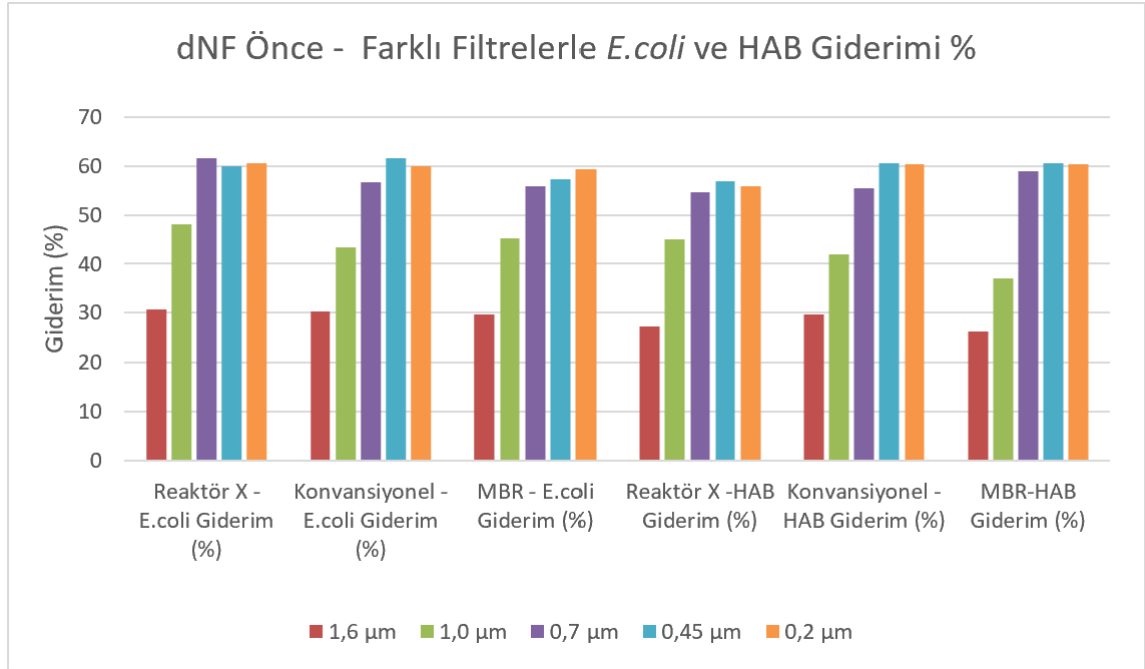
Şekil 4.23 dNF Öncesi Sentetik (Reaktör X) ve Gerçek Atıksu (Konvansiyonel, MBR) Numunelerindeki HAB Düzeyleri [$\log_{10}(\text{KOB}/100\text{ml})$] ve Giderim Oranları %

Konvansiyonel sistemde başlangıç *E. coli* konsantrasyonu $7,6 \pm 0,4 \times 10^8$ KOB/100 ml ($\log_{10}$ $8,88 \pm 0,02$), HAB konsantrasyonu $8,8 \pm 0,4 \times 10^8$ KOB/100 ml ($\log_{10}$ $8,94 \pm 0,02$) olarak

belirlenmiştir. Filtre boyutunun küçülmesiyle giderim oranları lineer bir artış göstermiştir (Şekil 4.23).

1,6 µm filtre sonrası *E. coli* giderimi %30,26±9,53 ($\log_{10}$ 0,16±0,05), HAB giderimi % 29,55±5,45 ($\log_{10}$ 0,15±0,03) olarak ölçülmüştür. 0,7 µm filtre uygulamasında ise *E. coli* giderimi % 56,67±5,38 ($\log_{10}$ 0,36±0,10), HAB giderimi % 55,56±7,14 ($\log_{10}$ 0,35±0,06) olarak ölçülmüştür (Tablo 4.9, Tablo 4.10). 0,45 µm filtrede bu değerler *E. coli* için % 61,54±7,69 ($\log_{10}$ 0,41±0,03), HAB için % 60,63±5,00 ($\log_{10}$ 0,40±0,04)'e ulaşmıştır. 0,2 µm filtrede ise *E. coli* konsantrasyonu $2,0 \pm 0,2 \times 10^7$ KOB/100 ml, HAB konsantrasyonu $2,5 \pm 0,3 \times 10^7$ KOB/100 ml seviyesine düşerek, % 60,00±5,00 ve % 60,32±6,67 giderim sağlanmıştır (Şekil 4.23).

MBR sistemine ait dNF öncesi örneklerde, başlangıç *E. coli* konsantrasyonu $4,4 \pm 0,2 \times 10^7$ KOB/100 ml ($\log_{10}$ 7,64±0,02), HAB konsantrasyonu ise $8,4 \pm 0,3 \times 10^7$ KOB/100 ml ($\log_{10}$ 7,92±0,02) olarak belirlenmiştir. 1,6 µm por çaplı filtre sonrasında *E. coli* düzeyi yalnızca % 29,55±9,09 oranında azalmış ($3,1 \pm 0,3 \times 10^7$ KOB/100 ml), buna karşılık HAB giderimi 26,19±6,82 olmuştur. 1,0 µm filtre sonrası *E. coli* için % 45,16±5,88, HAB için % 37,10±8,33 giderim sağlanmış ve bakteriyel düzeyde belirgin azalmalar gözlemlenmiştir. 0,7 µm filtrede *E. coli* giderimi % 55,88±5,26 ($\log_{10}$ 0,35±0,04), HAB giderimi % 58,97±6,50 ($\log_{10}$ 0,39±0,10) olarak gerçekleşmiştir. 0,45 µm filtre ile *E. coli* $3,2 \pm 0,3 \times 10^6$ /100 ml ($\log_{10}$ 6,51±0,04) seviyesine düşerek % 57,33±9,38 giderim sağlanırken, HAB $6,1 \pm 0,3 \times 10^6$ KOB/100 ml ($\log_{10}$ 6,80±0,02) ile % 61,88±6,25 giderim oranına ulaşmıştır. En küçük por çapı olan 0,2 µm filtrede ise *E. coli* ve HAB sırasıyla $1,3 \pm 0,4 \times 10^6$ KOB/100 ml ($\log_{10}$ 6,11±0,13) ve $2,3 \pm 0,3 \times 10^6$ KOB/100 ml ($\log_{10}$ 6,40±0,06) seviyesine gerilemiştir (Şekil 4.24, Tablo 4.9 ve 4.10). Genel olarak MBR çıkışında başlangıçta daha düşük bakteriyel yük gözlenmiş olmasına rağmen, kademeli filtrasyon sisteminde filtre çapı küçüldükçe bakterilerin ayrıştırılabilirliği artmış ve %60'ın üzerinde giderim başarıyla sağlanmıştır (Şekil 4.24).



Şekil 4.24 dNF Öncesi Farklı Filtreler ile *E. coli* ve HAB Konsantrasyonları Giderim Oranları %

4.1.4.2 dNF Sistemi Sonrası Farklı Filtre Por Boyutları ile *E.coli* ve HAB Giderimi

Reaktör X, Konvansiyonel ve MBR sistemlerine ait dNF sonrası atıksu örnekleri, farklı por açıklıklı (1,6 µm, 1 µm, 0,7 µm, 0,45 µm, 0,2 µm) membran filtreler kullanılarak kademeli filtrasyon işlemine tabi tutulmuştur.

Reaktör X sentetik atıksu sisteminde, dNF sonrası başlangıç (t_0) *E. coli* konsantrasyonu $3,2 \pm 0,3 \times 10^4$ KOB/100 ml ($\log_{10} 4,51 \pm 0,04$), HAB konsantrasyonu $3,9 \pm 0,3 \times 10^4$ KOB/100 ml ($\log_{10} 4,59 \pm 0,03$) olarak ölçülmüştür (Tablo 4.11, Tablo 4.12). 1,6 µm filtre ile *E. coli* giderimi % $34,38 \pm 9,46$ ($\log_{10} 0,19 \pm 0,04$), HAB giderimi % $28,21 \pm 8,46$ ($\log_{10} 0,14 \pm 0,06$) olarak gerçekleşmiştir. 0,7 µm filtrede *E. coli* konsantrasyonu $5,0 \pm 0,2 \times 10^3$ KOB/100 ml ($\log_{10} 3,70 \pm 0,02$) seviyesine düşerek % $54,55 \pm 5,45$ giderim sağlanırken, HAB için $8,2 \pm 0,4 \times 10^3$ KOB/100 ml ($\log_{10} 3,91 \pm 0,02$) ile % $51,76 \pm 6,76$ giderim elde edilmiştir. 0,2 µm filtre uygulamasında ise *E. coli* $9,0 \pm 0,3 \times 10^2$ KOB/100 ml ($\log_{10} 2,95 \pm 0,02$) ve HAB $1,5 \pm 0,2 \times 10^3$ KOB/100 ml ($\log_{10} 3,18 \pm 0,04$) seviyesine gerilemiş; toplam giderim oranları sırasıyla % $60,87 \pm 6,67$ ve % $59,46 \pm 9,76$ olarak kaydedilmiştir.

Tablo 4.11 ve Tablo 4.12, dNF sonrası sistemlerde *E. coli* ve HAB giderim verimliliğini hem sayısal (KOB/100 ml) hem de logaritmik ($\log_{10}$) bazda detaylandırmaktadır.

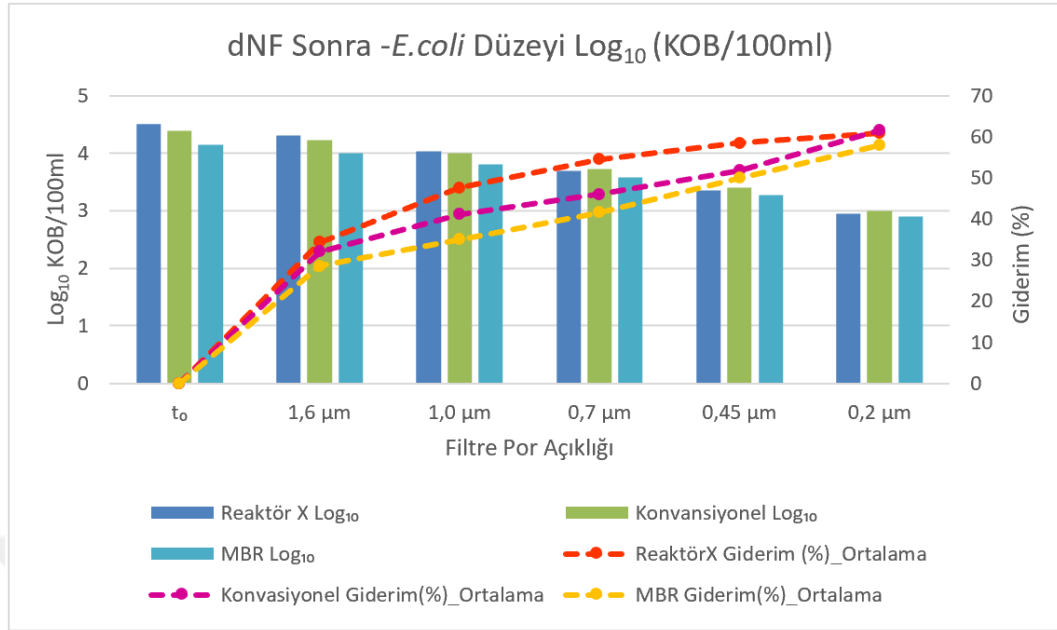
Tablo 4.11 dNF Sonrası Sentetik (Reaktör X) ve Gerçek Atıksu (Konvansiyonel ve MBR) Sistemlerinde *E.coli* Giderimi için Por Açıklığına Bağlı Mikrofiltrasyon Verimliliği

Atıksu Numunesi	Filtre Por Açıklığı	<i>E. coli</i> dNF Sonra KOB/100ml	<i>E.coli</i> dNF Sonra $\log_{10}$ (KOB/100ml)	<i>E.coli</i> dNF Sonra Filtre Giderim (%)	<i>E.coli</i> Giderim $\log_{10}$ (KOB/100ml)
Reaktör X	t_0	$3,2 \pm 0,3 \times 10^4$	$4,51 \pm 0,04$	-	-
	1,6 μm	$2,1 \pm 0,1 \times 10^4$	$4,32 \pm 0,02$	$34,38 \pm 9,46$	$0,19 \pm 0,04$
	1,0 μm	$1,1 \pm 0,1 \times 10^4$	$4,04 \pm 0,04$	$47,62 \pm 7,14$	$0,47 \pm 0,05$
	0,7 μm	$5,0 \pm 0,2 \times 10^3$	$3,70 \pm 0,02$	$54,55 \pm 5,45$	$0,34 \pm 0,04$
	0,45 μm	$2,3 \pm 0,3 \times 10^3$	$3,36 \pm 0,04$	$58,44 \pm 8,33$	$0,38 \pm 0,06$
	0,2 μm	$9,0 \pm 0,3 \times 10^2$	$2,95 \pm 0,02$	$60,87 \pm 6,67$	$0,41 \pm 0,06$
Konvansiyonel	t_0	$2,5 \pm 0,3 \times 10^4$	$4,40 \pm 0,05$	-	-
	1,6 μm	$1,7 \pm 0,4 \times 10^4$	$4,23 \pm 0,11$	$32,00 \pm 8,00$	$0,17 \pm 0,12$
	1,0 μm	$1,0 \pm 0,2 \times 10^4$	$4,00 \pm 0,08$	$41,18 \pm 7,00$	$0,23 \pm 0,10$
	0,7 μm	$5,4 \pm 0,6 \times 10^3$	$3,73 \pm 0,05$	$46,00 \pm 7,69$	$0,27 \pm 0,07$
	0,45 μm	$2,6 \pm 0,4 \times 10^3$	$3,41 \pm 0,06$	$51,85 \pm 8,33$	$0,32 \pm 0,07$
	0,2 μm	$1,0 \pm 0,3 \times 10^3$	$3,00 \pm 0,13$	$61,54 \pm 9,00$	$0,41 \pm 0,13$
MBR	t_0	$1,4 \pm 0,4 \times 10^4$	$4,15 \pm 0,12$	-	-
	1,6 μm	$1,0 \pm 0,1 \times 10^4$	$4,00 \pm 0,04$	$28,57 \pm 9,09$	$0,15 \pm 0,13$
	1,0 μm	$6,5 \pm 0,3 \times 10^3$	$3,81 \pm 0,02$	$35,00 \pm 5,71$	$0,19 \pm 0,04$
	0,7 μm	$3,8 \pm 0,3 \times 10^3$	$3,58 \pm 0,03$	$41,54 \pm 9,11$	$0,23 \pm 0,05$
	0,45 μm	$1,9 \pm 0,3 \times 10^3$	$3,28 \pm 0,07$	$50,00 \pm 8,64$	$0,30 \pm 0,08$
	0,2 μm	$8,0 \pm 0,2 \times 10^2$	$2,90 \pm 0,01$	$57,89 \pm 9,56$	$0,38 \pm 0,12$

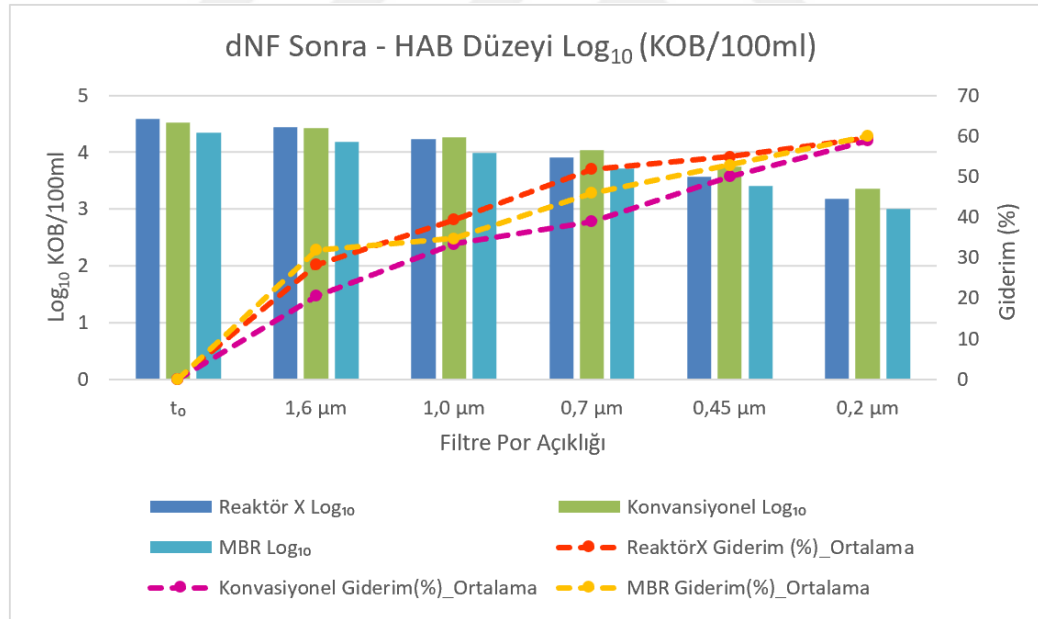
Tablo 4.12 dNF Sonrası Sentetik (Reaktör X) ve Gerçek Atıksu (Konvansiyonel ve MBR) Sistemlerinde HAB Giderimi için Por Açıklığına Bağlı Mikrofiltrasyon Verimliliği

Atıksu Numunesi	Filtre Por Açıklığı	HAB dNF Sonra KOB/100ml	HAB dNF Sonra $\log_{10}$ (KOB/100ml)	HAB dNF Sonra Filtre Giderim (%)	HAB Giderim $\log_{10}$ (KOB/100ml)
Reaktör X	t_0	$3,9 \pm 0,3 \times 10^4$	$4,59 \pm 0,03$	-	-
	1,6 μm	$2,8 \pm 0,3 \times 10^4$	$4,45 \pm 0,05$	$28,21 \pm 8,46$	$0,14 \pm 0,06$
	1,0 μm	$1,7 \pm 0,3 \times 10^4$	$4,23 \pm 0,07$	$39,29 \pm 7,00$	$0,22 \pm 0,09$
	0,7 μm	$8,2 \pm 0,4 \times 10^3$	$3,91 \pm 0,02$	$51,76 \pm 6,76$	$0,32 \pm 0,07$
	0,45 μm	$3,7 \pm 0,4 \times 10^3$	$3,57 \pm 0,04$	$54,88 \pm 8,33$	$0,34 \pm 0,06$
	0,2 μm	$1,5 \pm 0,2 \times 10^3$	$3,18 \pm 0,04$	$59,46 \pm 9,76$	$0,41 \pm 0,06$
Konvansiyonel	t_0	$3,4 \pm 0,4 \times 10^4$	$4,53 \pm 0,05$	-	-
	1,6 μm	$2,7 \pm 0,3 \times 10^4$	$4,43 \pm 0,05$	$20,59 \pm 8,76$	$0,10 \pm 0,07$
	1,0 μm	$1,8 \pm 0,2 \times 10^4$	$4,26 \pm 0,05$	$33,33 \pm 9,00$	$0,17 \pm 0,07$
	0,7 μm	$1,1 \pm 0,3 \times 10^4$	$4,04 \pm 0,12$	$38,89 \pm 7,67$	$0,22 \pm 0,13$
	0,45 μm	$5,6 \pm 0,3 \times 10^3$	$3,75 \pm 0,02$	$50,00 \pm 8,33$	$0,29 \pm 0,06$
	0,2 μm	$2,3 \pm 0,3 \times 10^3$	$3,36 \pm 0,06$	$58,93 \pm 6,00$	$0,39 \pm 0,08$
MBR	t_0	$2,2 \pm 0,3 \times 10^4$	$4,34 \pm 0,06$	-	-
	1,6 μm	$1,5 \pm 0,3 \times 10^4$	$4,18 \pm 0,09$	$31,82 \pm 9,12$	$0,17 \pm 0,08$
	1,0 μm	$9,8 \pm 0,1 \times 10^3$	$3,99 \pm 0,01$	$34,67 \pm 4,08$	$0,18 \pm 0,02$
	0,7 μm	$5,3 \pm 0,3 \times 10^3$	$3,72 \pm 0,03$	$45,92 \pm 7,14$	$0,27 \pm 0,05$
	0,45 μm	$2,5 \pm 0,4 \times 10^3$	$3,40 \pm 0,07$	$52,83 \pm 9,38$	$0,33 \pm 0,08$
	0,2 μm	$1,0 \pm 0,3 \times 10^3$	$3,00 \pm 0,12$	$60,00 \pm 8,00$	$0,40 \pm 0,10$

Konvansiyonel sistemde dNF sonrası başlangıç *E. coli* konsantrasyonu $2,5 \pm 0,3 \times 10^4$ KOB/100 ml ($\log_{10} 4,40 \pm 0,05$), HAB konsantrasyonu $3,4 \pm 0,4 \times 10^4$ KOB/100 ml ($\log_{10} 4,53 \pm 0,05$) olarak belirlenmiştir. 0,45 μm filtrede *E. coli* giderimi % $51,85 \pm 8,33$ ($\log_{10} 0,32 \pm 0,07$), HAB giderimi % $50,00 \pm 8,33$ ($\log_{10} 0,29 \pm 0,06$)'ye ulaşmıştır. 0,2 μm filtre ile *E. coli* $1,0 \pm 0,3 \times 10^3$ KOB/100 ml ($\log_{10} 3,00 \pm 0,13$) ve HAB $2,3 \pm 0,3 \times 10^3$ KOB/100 ml ($\log_{10} 3,36 \pm 0,06$) seviyesine düşmüş; giderim oranları sırasıyla % $61,54 \pm 9,00$ ve % $58,93 \pm 6,00$ olarak hesaplanmıştır (Şekil 4.25 ve 4.26).



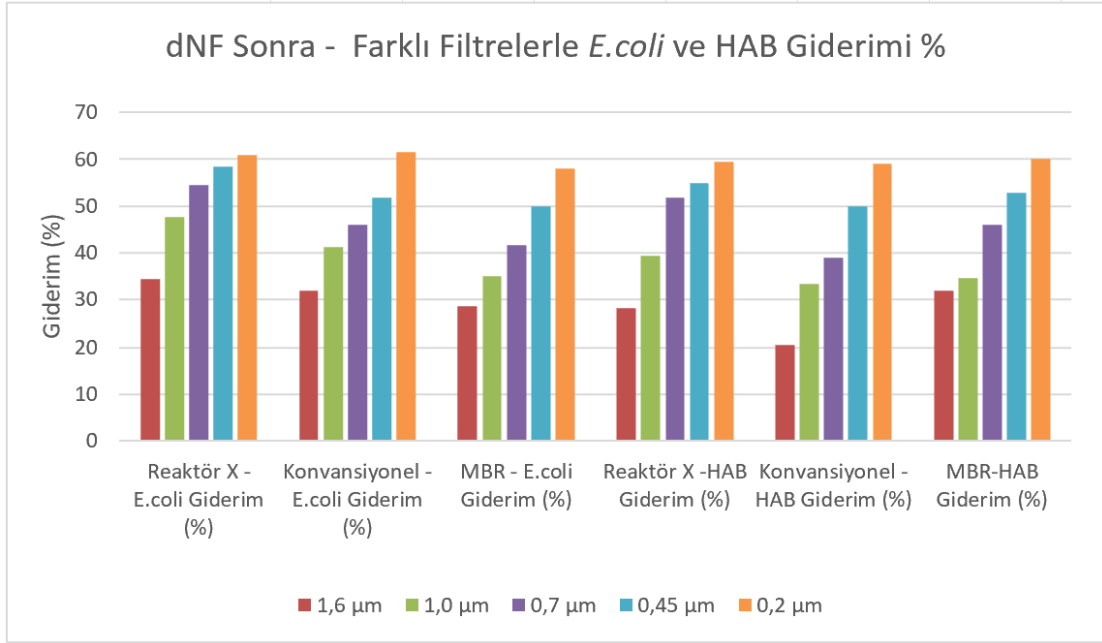
Şekil 4.25 dNF Sonrası *E. coli* Düzeyleri (KOB/100ml) ve Giderim Oranları %



Şekil 4.26 dNF Sonrası HAB Düzeyleri (KOB/100ml) ve Giderim Oranları %

MBR sisteminde dNF sonrası başlangıç *E. coli* konsantrasyonu $1,4 \pm 0,4 \times 10^4$ KOB/100 ml ($\log_{10} 4,15 \pm 0,12$), HAB konsantrasyonu $2,2 \pm 0,3 \times 10^4$ KOB/100 ml ($\log_{10} 4,34 \pm 0,06$) olarak ölçülmüştür. 0,7 µm filtrede *E. coli* giderimi % $41,54 \pm 9,11$ ($\log_{10} 0,23 \pm 0,05$), HAB giderimi % $45,92 \pm 7,14$ ($\log_{10} 0,27 \pm 0,05$) olarak gerçekleşmiştir. 0,2 µm filtre ile *E. coli* $8,0 \pm 0,2 \times 10^2$ KOB/100 ml ($\log_{10} 2,90 \pm 0,01$) ve HAB $1,0 \pm 0,3 \times 10^3$ KOB/100 ml ($\log_{10} 3,00 \pm 0,12$) seviyesine

düşerek, giderim oranları sırasıyla $57,89 \pm 9,56$ ve $60,00 \pm 8,00$ olarak kaydedilmiştir (Şekil 4.26 ve 4.27).



Şekil 4.27 dNF Sonrası *E. coli* ve HAB Düzeyleri (KOB/100ml) ve Giderim Oranları %

4.1.4.3 İstatistiksel Analizler

Farklı por açıklıklı membran filtrelerin (1,6; 1,0; 0,7; 0,45; 0,2 µm) *E. coli* ve HAB giderim performansları, Reaktör X, Konvansiyonel ve MBR sistemlerinde dNF öncesi ve sonrasında istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. Tekrarlı Ölçümler ANOVA analizi, por açıklığındaki azalmanın tüm sistemlerde hem *E. coli* (Reaktör X: $F(4,8)=85,12$; Konvansiyonel: $F(4,8)=79,34$; MBR: $F(4,8)=73,15$; $p<0,001$) hem de HAB giderimini (Reaktör X: $F(4,8)=70,24$; Konvansiyonel: $F(4,8)=63,50$; MBR: $F(4,8)=66,80$; $p<0,001$) anlamlı derecede artırdığını göstermiştir. Bonferroni düzeltmeli post-hoc testler, tüm filtrelerin kontrol grubuna (t_0) kıyasla daha yüksek giderim sağladığını doğrulamıştır ($p<0,01$).

ReaktörX sentetik atıksu sisteminde, dNF işlemi öncesinde 0,2 µm por açıklıklı filtre, *E. coli* giderim oranını $60,50 \pm 3,80$ ($t(2)=24,12$; $p=0,002$) artırmış ve $\log_{10}$ değerini $8,56 \pm 0,07$ 'den $6,90 \pm 0,02$ 'ye (1,66 birim azalma) düşürmüştür. HAB için ise $55,81 \pm 9,30$ giderim ($t(2)=18,75$; $p=0,003$) ile $\log_{10}$ $8,74 \pm 0,03$ 'ten $7,28 \pm 0,07$ 'ye (1,46 birim) azalma kaydedilmiştir. dNF sonrası

0,2 µm filtre, *E. coli* log₁₀ değerini 4,51±0,04'ten 2,95±0,02'ye (1,56 birim) indirerek %60,87±6,67 giderim sağlamıştır (t(2)=15,33; p=0,004).

Konvansiyonel evsel atıksuda, dNF öncesi 0,2 µm filtre *E. coli* giderimini %60,00±5,00 (t(2)=22,10; p=0,002) artırmış ve log₁₀ değerini 8,88±0,02'den 7,30±0,04'e (1,58 birim) azaltmıştır. HAB'de %60,32±6,67 giderim (t(2)=19,45; p=0,003) ve log₁₀ 8,94±0,02'den 7,40±0,06'ya (1,54 birim) azalma gözlenmiştir. dNF sonrası 0,2 µm filtre, HAB log₁₀ değerini 4,53±0,05'ten 3,36±0,06'ya (1,17 birim) düşürerek %58,93±6,00 giderim sağlamıştır (t(2)=13,20; p=0,006)

MBR sisteminde, dNF öncesi 0,2 µm filtre *E. coli* giderimini %59,38±4,08 (t(2)=10,25; p=0,009) ve log₁₀ 7,64±0,02'den 6,11±0,13'ye (1,53 birim) ile sınırlarken, HAB'de %62,30±7,83 giderim (t(2)=12,80; p=0,006) ve log₁₀ 7,92±0,02'den 6,40±0,06'ya (1,52 birim) azalma kaydedilmiştir. dNF sonrası 0,2 µm filtre, *E. coli* log₁₀ değerini 4,15±0,12'den 2,90±0,01'e (1,25 birim) düşürerek %57,89±9,56 giderim sağlamıştır (t(2)=9,87; p=0,010).

Lineer regresyon analizi, por açıklığındaki her 1 µm'lik azalmanın *E. coli* log₁₀ giderimini 1,18 birim (R²=0,98; p<0,001), HAB log₁₀ giderimini ise 1,12 birim (R²=0,95; p<0,001) artırdığını ortaya koymuştur. MBR sisteminde 0,5 µm'lik por azalması, giderimi %24-28 artırmıştır (p<0,05).

4.2 DEĞİŞKEN ÇEVRESEL PARAMETRELER (ÇÖZÜNMÜŞ OKSİJEN, SICAKLIK, İLETKENLİK, TUZULUK, KOİ, BULANIKLIK VE PH)

Bu bölümde, sentetik ve gerçek atıksu sistemlerinde yürütülen çalışmalarda elde edilen çevresel parametre verileri detaylı biçimde sunulmuştur. Tablolar 4.13, 4.14 ve 4.15'te yer alan veriler; KOİ (Kimyasal Oksijen İhtiyacı), sıcaklık(°C), çözünmüş oksijen (ÇO; mg/l), pH, iletkenlik (mS/cm) ve tuzluluk (‰) gibi temel parametrelerin, farklı sistemler (Reaktör 1L, Reaktör X 15L, yüksek (YOİ) ve düşük (DOİ) organik içerikli sentetik atıksu sistemleri ile gerçek konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarj su numunesi (konvansiyonel) ve gerçek ileri (MBR) evsel atıksu arıtma tesisi deşarj su numunesi sistemleri) kapsamında zamana ve

laboratuvar ölçekli çok katmanlı nanofiltrasyon pilotu öncesi ve sonrası, koşullara bağlı olarak nasıl değiştiğini göstermektedir.

Tablo 4.13 Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) Sentetik Atıksu Sistemleri ve Kontrol Numunelerinde Örneklem Sırasında Kaydedilen Çevresel Parametreler

Reaktör (1L)						
Örneklem Günü (H#) *	KOI (mg/L)	Sıcaklık (°C)	Çözünmüş Oksijen (mg/L)	pH	İletkenlik (Ms/cm)	Tuzluluk (‰)
2 (H0)	161	22,84	5,80	8,10	0,849	0,552
9 (H1)	120	22,31	5,68	7,73	0,912	0,593
16 (H2)	94	22,97	5,55	7,62	0,863	0,561
21 (H3)	78	23,02	5,75	7,57	0,822	0,631
30 (H4)	52	22,50	5,82	7,43	0,854	0,555

Reaktör X (15L)						
Örneklem Günü (H#) *	KOI (mg/L)	Sıcaklık (°C)	Çözünmüş Oksijen (mg/L)	pH	İletkenlik (Ms/cm)	Tuzluluk (‰)
2 (H0)	170	23,20	5,85	7,80	0,865	0,562
9 (H1)	115	22,68	5,76	7,77	0,842	0,547
16 (H2)	89	22,91	5,42	7,63	0,878	0,571
21 (H3)	65	23,22	5,63	7,58	0,881	0,569
30 (H4)	46	22,75	5,79	7,39	0,879	0,573

Kontrol (1L)						
Örneklem Günü (H#) *	KOI (mg/L)	Sıcaklık (°C)	Çözünmüş Oksijen (mg/L)	pH	İletkenlik (Ms/cm)	Tuzluluk (‰)
2 (H0)	163	22,35	5,88	8,03	0,865	0,562
9 (H1)	124	21,93	5,72	7,84	0,842	0,547
16 (H2)	108	22,80	5,63	7,72	0,878	0,570
21 (H3)	83	23,00	5,7	7,53	0,881	0,573
30 (H4)	60	22,36	5,87	7,32	0,879	0,572

*: Hafta numarasını vermektedir.

Tablo 4.13'te, Reaktör (1L), Reaktör X (15L) ve Kontrol (1L) sistemlerinde beş örneklem gününe ait çevresel parametreler yer almaktadır. Tüm sistemlerde KOİ değerlerinde zamanla belirgin bir azalma gözlenmiştir. Başlangıçta 161–170 mg/L düzeyinde olan KOİ, 30. gün itibarıyla Reaktör X (15L) için 46 mg/L, Reaktör (1L) için 52 mg/L düzeylerine kadar düşmüştür. Bu düşüş, sentetik atıksuda bulunan organik maddelerin biyolojik olarak parçalandığını ve sistemlerin aerobik koşullarda verimli çalıştığını göstermektedir. Çözünmüş oksijen değerleri tüm sistemlerde 5,4–5,9 mg/L aralığında ölçülmüştür. pH değerleri genel olarak 7,4–8,1 arasında değişmiştir. İletkenlik (0,84–0,91 mS/cm) ve tuzluluk (0,547–0,593‰) değerleri sentetik atıksuların stabil iyonik bileşimini yansıtmakta olup, zaman içinde önemli bir

dalgalanma göstermemiştir. Bu veriler, sistem koşullarının kontrollü olduğunu ve deneysel süre boyunca stabil çevresel parametrelerin korunduğunu ortaya koymaktadır.

Tablo 4.14 Yüksek (YOİ) ve Düşük (DOİ) Organik İçerikli Sentetik Atıksu ve Kontrol Numunelerinde Örneklem Sırasında Kaydedilen Çevresel Parametreler

Kontrol Grubu - YOİ						
Örneklem Günü (H#) *	KOI (mg/L)	Sıcaklık (°C)	Çözülmüş Oksijen (mg/L)	pH	İletkenlik (mS /cm)	Tuzluluk (‰)
2 (H0)	165	22,75	5,79	7,90	0,865	0,562
9 (H1)	156	23,12	5,60	7,75	0,842	0,547
16 (H2)	120	22,98	5,52	7,60	0,878	0,571
21 (H3)	93	23,22	5,69	7,40	0,881	0,573
30 (H4)	65	23,10	5,75	7,32	0,879	0,572
YOİ Deney Sistemi						
Örneklem Günü (H#) *	KOI (mg/L)	Sıcaklık (°C)	Çözülmüş Oksijen (mg/L)	pH	İletkenlik (mS /cm)	Tuzluluk (‰)
2 (H0)	170	23	5,87	8,10	0,849	0,552
9 (H1)	158	22,98	5,62	7,90	0,912	0,593
16 (H2)	125	22,75	5,50	7,82	0,863	0,561
21 (H3)	104	23,1	5,70	7,70	0,822	0,631
30 (H4)	72	22,87	5,73	7,56	0,854	0,555
Kontrol Grubu – DOİ						
Örneklem Günü (H#) *	KOI (mg/L)	Sıcaklık (°C)	Çözülmüş Oksijen (mg/L)	pH	İletkenlik (mS /cm)	Tuzluluk (‰)
2 (H0)	30	22,62	5,85	8,00	0,849	0,552
9 (H1)	21	22,89	5,77	7,90	0,912	0,593
16 (H2)	10	22,81	5,70	7,82	0,863	0,561
21 (H3)	8	23,10	5,80	7,70	0,822	0,631
30 (H4)	4	22,95	5,83	7,56	0,854	0,555
DOİ Deney Sistemi						
Örneklem Günü (H#) *	KOI (mg/L)	Sıcaklık (°C)	Çözülmüş Oksijen (mg/L)	pH	İletkenlik (mS /cm)	Tuzluluk (‰)
2 (H0)	28	22,8	5,90	7,80	0,865	0,562
9 (H1)	20	22,96	5,84	8,10	0,842	0,547
16 (H2)	13	23	5,80	7,72	0,878	0,571
21 (H3)	9,2	23,15	5,75	7,68	0,881	0,569
30 (H4)	5	23,2	5,88	7,59	0,879	0,573

*: Hafta numarasını vermektedir.

Tablo 4.14'te yüksek (YOİ) ve düşük (DOİ) organik içerikli sentetik atıksu sistemleri ile bunlara ait kontrol gruplarına ilişkin çevresel parametreler sunulmuştur. YOİ sistemlerde

başlangıç KOİ düzeyi 170–165 mg/L iken, deneyin sonunda 46–72 mg/L seviyelerine düşmüştür. DOİ sistemlerde ise başlangıç KOİ 30 mg/L civarında olup, 30. günde 2–4 mg/L gibi düşük seviyelere gerilemiştir. Bu durum, organik madde konsantrasyonunun mikrobiyal aktivite üzerindeki etkisini net şekilde ortaya koymaktadır. Çözünmüş oksijen değerleri her iki sistemde de stabil kalmış, DOİ sistemlerinde bir miktar daha yüksek seyretmiştir. pH değerleri genel olarak 7,5–8,0 arasında değişmiştir. Özellikle DOİ sistemlerde iletkenlik ve tuzluluk değerlerinin daha düşük seyretmesi, bu ortamlarda iyonik bileşenlerin daha sınırlı olduğunu göstermektedir.

Aşağıdaki Tablo 4.15'te ise, Reaktör X (15L) sentetik sistemi ile konvansiyonel ve ileri (MBR) evsel atıksu arıtma tesisi deşarj sularının dNF öncesi ve sonrası çevresel parametreleri sunulmuştur. dNF öncesi KOİ değerleri Reaktör X için 165 mg/L olarak ölçülürken, konvansiyonel tesiste 93–120 mg/L, ileri MBR sistemde ise 24–29 mg/L arasında ölçülmüştür. dNF uygulaması sonrası tüm sistemlerde KOİ düzeyleri belirgin şekilde düşmüştür. Özellikle MBR çıkışlarında dNF sonrası KOİ <3 mg/L seviyesine inmiştir. Aynı zamanda iletkenlik ve tuzluluk değerlerinde de anlamlı azalmalar gözlenmiş, MBR+dNF kombinasyonu sonucunda bu parametreler sırasıyla 0,315 mS/cm ve %0,206'ya kadar gerilemiştir. Bu durum, membran filtrasyonun yalnızca organik maddeyi değil, çözünmüş iyonları da önemli ölçüde uzaklaştırdığını göstermektedir.

Tablo 4.15 dNF Öncesi ve Sonrası Reaktör X (15L) Sentetik Atık Su, Konvansiyonel Eysel Atık Su ve MBR Atık Su Numunelerinde Örnekleme Sırasında Kaydedilen Çevresel Parametreler

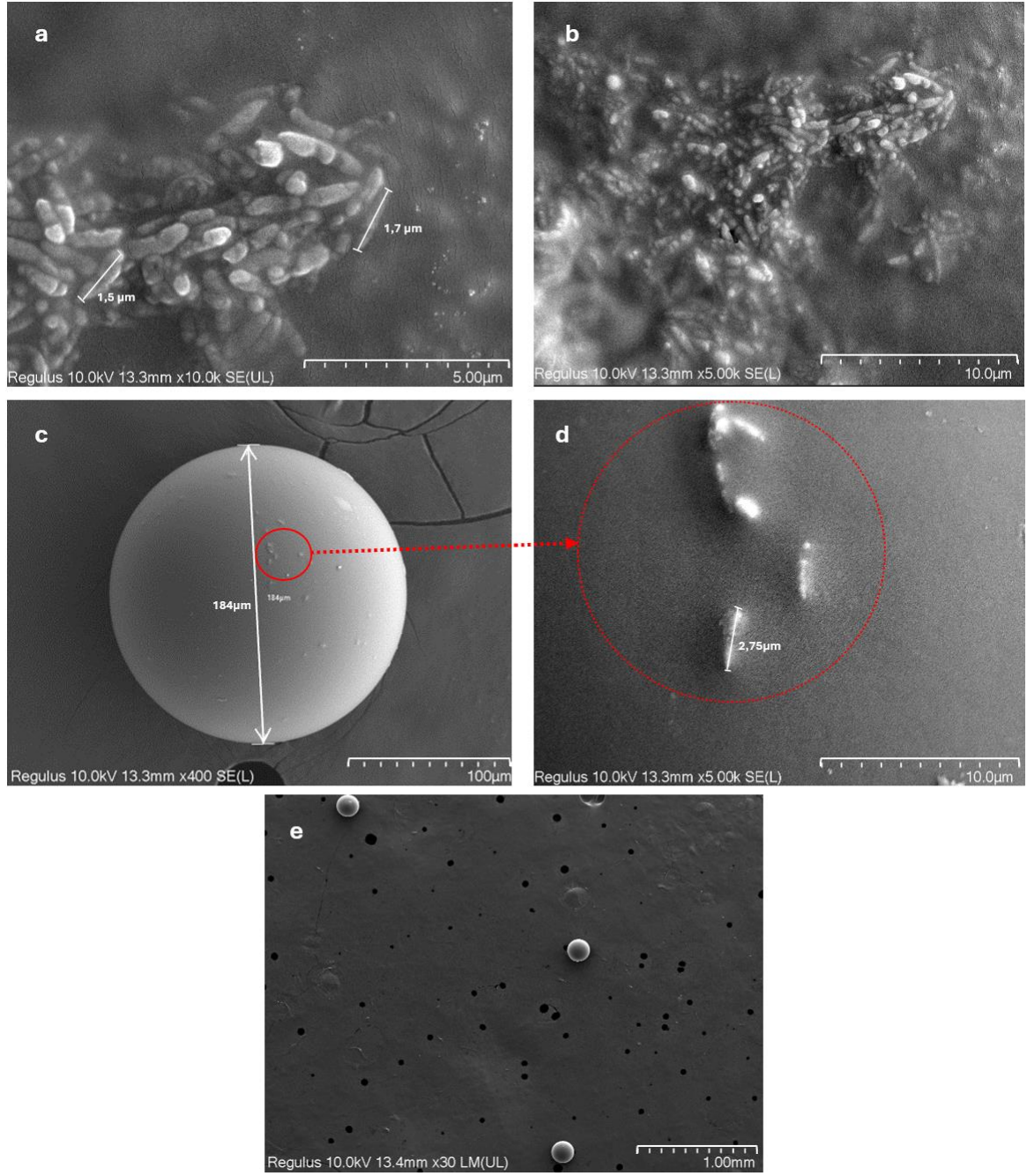
Reaktör X (15L) dNF Öncesi						
Örnek Tekrarı	KOI (mg/L)	Sıcaklık (°C)	Çözülmüş Oksijen (mg/L)	pH	İletkenlik (mS/cm)	Tuzluluk (‰)
1	165	22,90	5,81	7,80	0,860	0,572
2	134	23,15	5,69	7,72	0,874	0,556
3	102	22,82	5,72	7,66	0,880	0,573
Reaktör X (15L) dNF Sonrası						
Örnek Tekrarı	KOI (mg/L)	Sıcaklık (°C)	Çözülmüş Oksijen (mg/L)	pH	İletkenlik (mS /cm)	Tuzluluk (‰)
1	5,59	25,70	5,76	7,80	0,597	0,388
2	4,54	25,97	5,62	7,70	0,606	0,394
3	3,46	25,61	5,70	7,73	0,610	0,397
Konvansiyonel Eysel Atıksu Arıtma Tesisi Deşarj Numunesi (Konvansiyonel) dNF Öncesi						
Örnek Tekrarı	KOI (mg/L)	Sıcaklık (°C)	Çözülmüş Oksijen (mg/L)	pH	İletkenlik (mS /cm)	Tuzluluk (‰)
1	120	23,20	5,85	7,45	0,780	0,507
2	105	22,68	5,76	7,10	0,772	0,502
3	93	22,91	5,89	7,32	0,767	0,499
Konvansiyonel Eysel Atıksu Arıtma Tesisi Deşarj Numunesi (Konvansiyonel) dNF Sonrası						
Örnek Tekrarı	KOI (mg/L)	Sıcaklık (°C)	Çözülmüş Oksijen (mg/L)	pH	İletkenlik (mS /cm)	Tuzluluk (‰)
1	4,07	26,00	5,72	7,5	0,541	0,352
2	3,56	25,38	5,68	7,2	0,535	0,348
3	3,15	25,76	5,81	7,4	0,532	0,346
İleri Eysel Atıksu Arıtma Tesisi Deşarj Numunesi (MBR) dNF Öncesi						
Örnek Tekrarı	KOI (mg/L)	Sıcaklık (°C)	Çözülmüş Oksijen (mg/L)	pH	İletkenlik (mS /cm)	Tuzluluk (‰)
1	29	23,20	5,69	7,20	0,703	0,457
2	24,7	22,68	5,72	7,01	0,699	0,454
3	26,8	22,91	5,83	7,28	0,710	0,462
İleri Eysel Atıksu Arıtma Tesisi Deşarj Numunesi (MBR) dNF Sonrası						
Örnek Tekrarı	KOI (mg/L)	Sıcaklık (°C)	Çözülmüş Oksijen (mg/L)	pH	İletkenlik (mS /cm)	Tuzluluk (‰)
1	< 3	25,95	5,57	7,40	0,317	0,206
2	< 3	25,47	5,63	7,20	0,315	0,205
3	< 3	25,71	5,74	7,36	0,320	0,208

4.3 FE-SEM İLE MİKROPLASTİK-BAKTERİ ETKİLEŞİMLERİNİN GÖRSELLEŞTİRİLMESİ

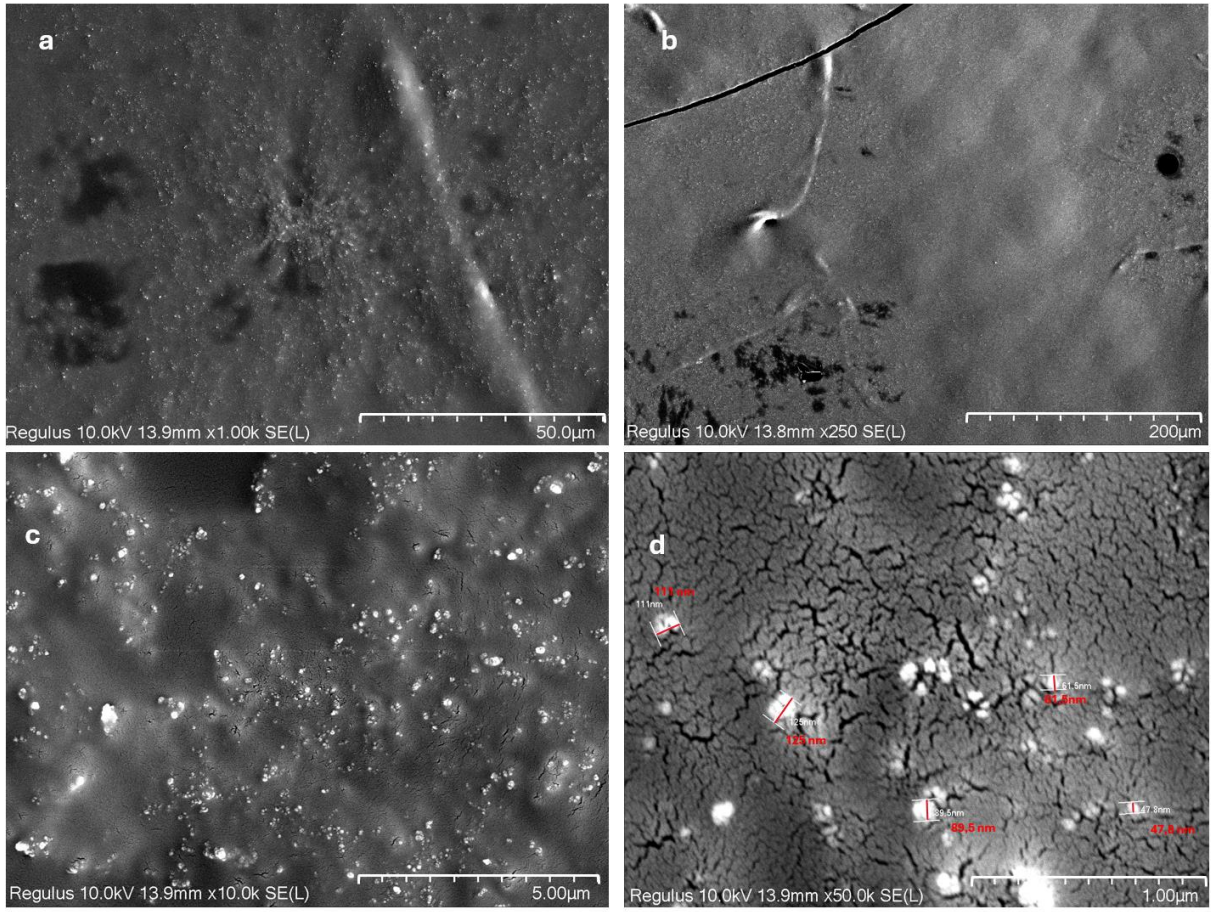
Laboratuvar ölçekli çok katmanlı direkt nanofiltrasyon (dNF) pilot sistemi öncesi ve sonrasında, Reaktör X sentetik atıksu numunesi, gerçek konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarj suyu (Konvansiyonel) ve gerçek ileri evsel atıksu arıtma tesisi (MBR) deşarj suyu numuneleri, 0,45 µm gözenek çapına sahip selüloz nitrat filtreler (Sartorius) kullanılarak filtrelenmiş ve bakteri hücreleri gluteraldehit ve alkol serileri ile fiks edilmiştir. Takiben gerçekleştirilen kaplama işlemleri sonrası, mikropplastik yüzeyine bağlı bakterilerin morfolojisini incelemek amacıyla Hitachi Regulus 8230 model taramalı elektron mikroskobu (FE-SEM) kullanılarak görüntüleme yapılmıştır. Bu işlemler sonucunda elde edilen mikropplastik yüzeyine bağlı bakteriyel yapıların FE-SEM görüntüleri Şekil 4.28, Şekil 4.29, Şekil 4.30, Şekil 4.31, Şekil 4.32 ve Şekil 4.33’de sunulmaktadır.

dNF sistemi öncesinde, Reaktör X sentetik atıksu ortamından elde edilen numuneler FE-SEM (Hızlandırma voltajı: 10,0 kV) ile değişken büyütme seviyelerinde incelenmiştir. Şekil 4.28’de görüldüğü üzere, hem serbest fazda (a-b) hem de polistiren mikropplastik yüzeylerinde (c-d) çubuksu morfolojide bakteriyel yapılar gözlenmiştir. Bu yapılar, özellikle 184 µm çapındaki polistiren partikülün yüzeyinde belirgin bir şekilde kümelenmiş ve mikropplastiklere tutunma eğilimini göstermiştir. Bu bulgular, bakterilerin mikropplastik yüzeylerine fiziksel olarak bağlanabildiğini açıkça ortaya koymaktadır. Görülen bakteriyel yapılar, deney başlangıcında inoküle edilen *E. coli* kültüründen kaynaklanmış olabilir; ancak bu çalışmanın temel amacı tür tayini değil, mikropplastiklere tutunma davranışının görüntüsel olarak doğrulanmasıdır.

dNF sistemi sonrası ise, Reaktör X sentetik atıksu numunesinden elde edilen FE-SEM görüntülerinde (Şekil 4.29), bakteriyel hücrelere veya mikropplastik partiküllere rastlanmamıştır. Geniş yüzey taramalarında herhangi bir hücresel yapı veya partikül tespit edilmemiş (Şekil 4.29a-b), yalnızca yüksek büyütmelerde yüzeyde dağılmış şekilde, nanoboyutta ve tanımlanamayan partikül benzeri yapılar izlenmiştir (Şekil 4.29c-d). Fenton (organik madde giderimi) işlemi öncesinde FE-SEM incelemeleri uygulamış olması nedeniyle, gözlemlenen bu küçük yapıların organik kökenli kalıntılar olabileceği düşünülmektedir. Bu bulgular, dNF sisteminin hem bakteriyel yapıların hem de mikropplastik partiküllerin etkin bir şekilde uzaklaştırılmasını sağladığını göstermektedir.



Şekil 4.28 Reaktör X Sentetik Atıksu Numunesi dNF Öncesi FE-SEM Görüntüleri: (a-b) Çubuksu Morfolojide ve ~1–2 μm Uzunluğunda Bakteriyel Yapılar (a:10.000x Büyütme, b:5.000x Büyütme); (c) 184 μm Çapında Bir Polistiren (PS) Mikroplastik Partikülün Genel Görünümü (400x Büyütme); (d) Aynı Mikroplastik Partikülün Yüzeyine Tutunmuş Bakteriyel Yapılar (5.000x Büyütme, Kırmızı Daire İçinde Detaylı Gösterim); (e) Yaklaşık 200 μm Çapındaki Mikroplastik Partiküller ile, Farklı Büyüklükte Mikroplastik ve Nanopartiküllerin Sistem İçerisindeki Dağılımı (30x Büyütme).

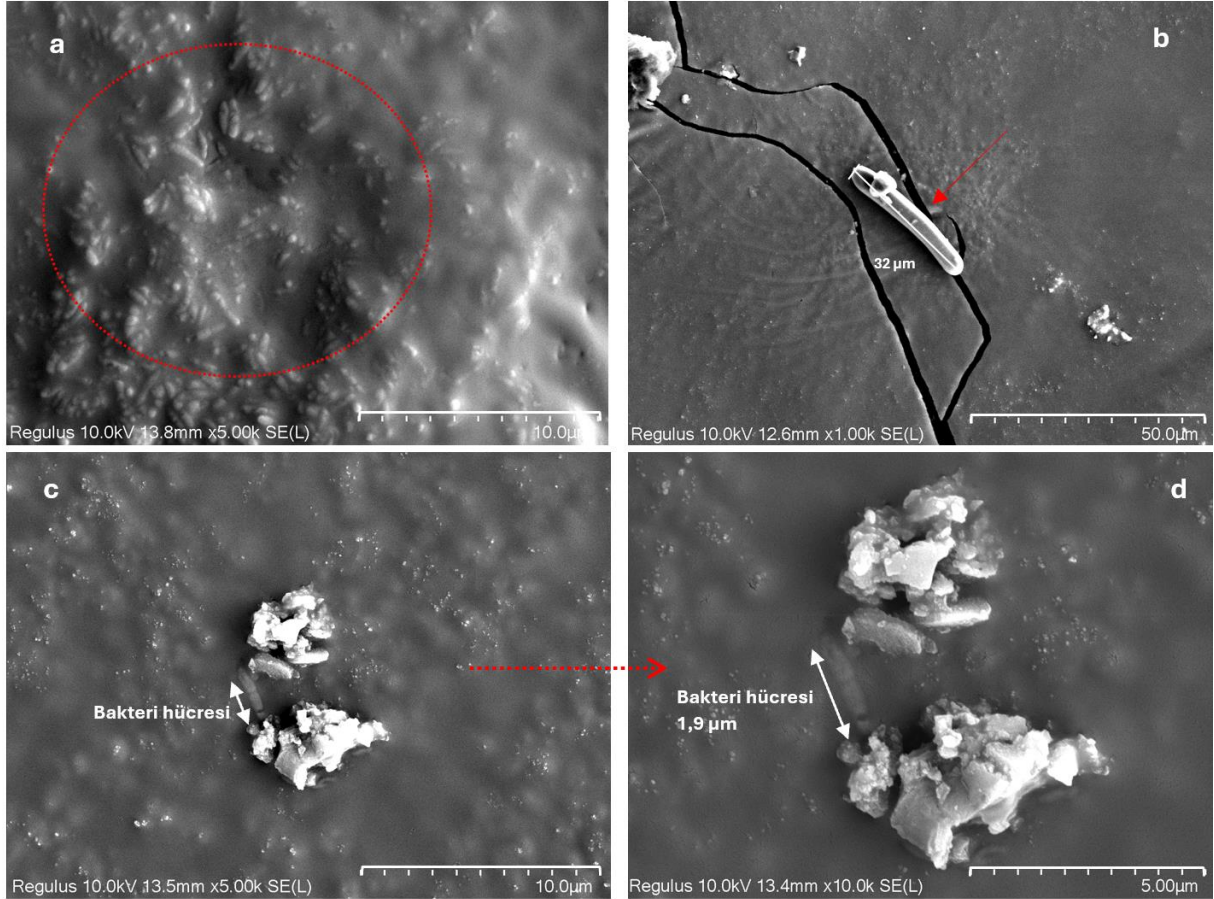


Şekil 4.29 Reaktör X Sentetik Atıksu Numunesi dNF Sonrası FE-SEM Görüntüleri: (a) dNF Sonrası Yüzeyde Bakteri ve Mikroplastik Partikül Bulunamayan Genel Görünüm (1000x Büyütme); (b) Geniş Yüzey Taramasında Partikül veya Hücresel Yapı Bulunmayan Alan (250x Büyütme); (c) Yüzeyde Gözlemlenen Nanoboyutta, Tanımlanamayan Partikül Benzeri Yapılar (10.000x Büyütme); (d) Nanometre Ölçeğinde Düzensiz Yapılar ve Potansiyel Organik Kalıntılar (50.000x Büyütme).

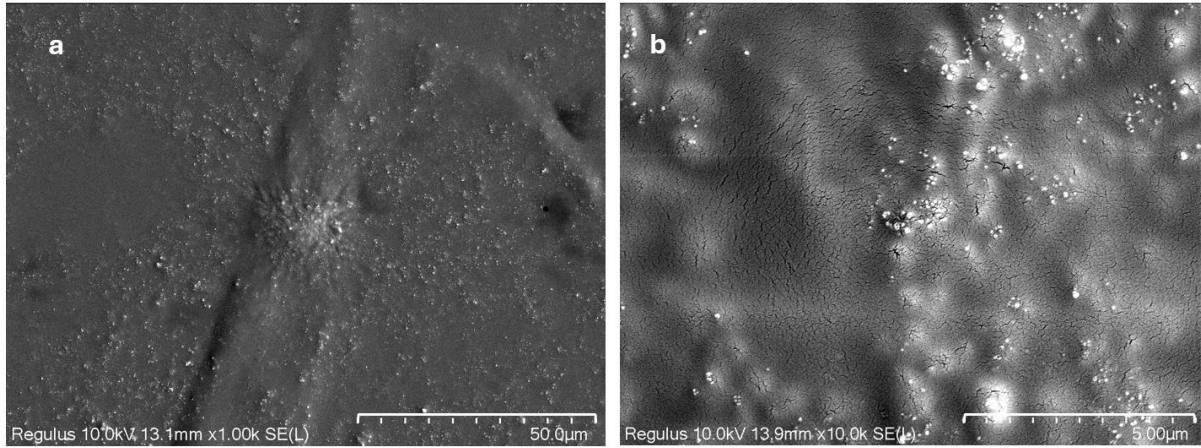
dNF öncesinde, konvansiyonel sistemden elde edilen FE-SEM görüntülerinde (Şekil 4.30), mikroplastik benzeri partiküller, bakteriyel yapılar ve yüzeye dağılmış organik kalıntılar belirgin şekilde gözlemlenmiştir. Geniş alan taramalarında, bakteriyel tutunmanın hem serbest halde hem de küçük partikül kümeleri üzerinde gerçekleştiği dikkat çekmiştir (Şekil 4.30a). Ayrıca, pürüzsüz yüzeyli çubuksu formda mikroplastik benzeri bir yapı (~32 µm) tespit edilmiş (Şekil 4.30b) ve yüksek büyütmelelerde, çubuksu morfolojili bakteriler ile amorf organik birikintilerle birlikte bulunduğu görülmüştür (Şekil 4.30c-d).

dNF sonrasında, konvansiyonel sistemden elde edilen FE-SEM görüntülerinde (Şekil 4.31), serbest bakteriyel yapılar veya mikroplastik benzeri partiküller tespit edilmemiştir. Geniş yüzey taramalarında herhangi bir partikül veya hücresel yapı gözlenmemiş (Şekil 4.31a), yalnızca yüksek büyütmelelerde düzensiz şekilde dağılmış, nanoboyutta ve tanımlanamayan küçük

partikül benzeri oluşumlar (111nm, 125nm, 61,5nm, 47.8nm, 89.5nm) izlenmiştir (Şekil 4.31b). Bu bulgular, dNF sisteminin mikroplastik ve bakteriyel kontaminasyonu etkin bir şekilde giderdiğini ve numunede belirgin partikül yükünü azalttığını göstermektedir.



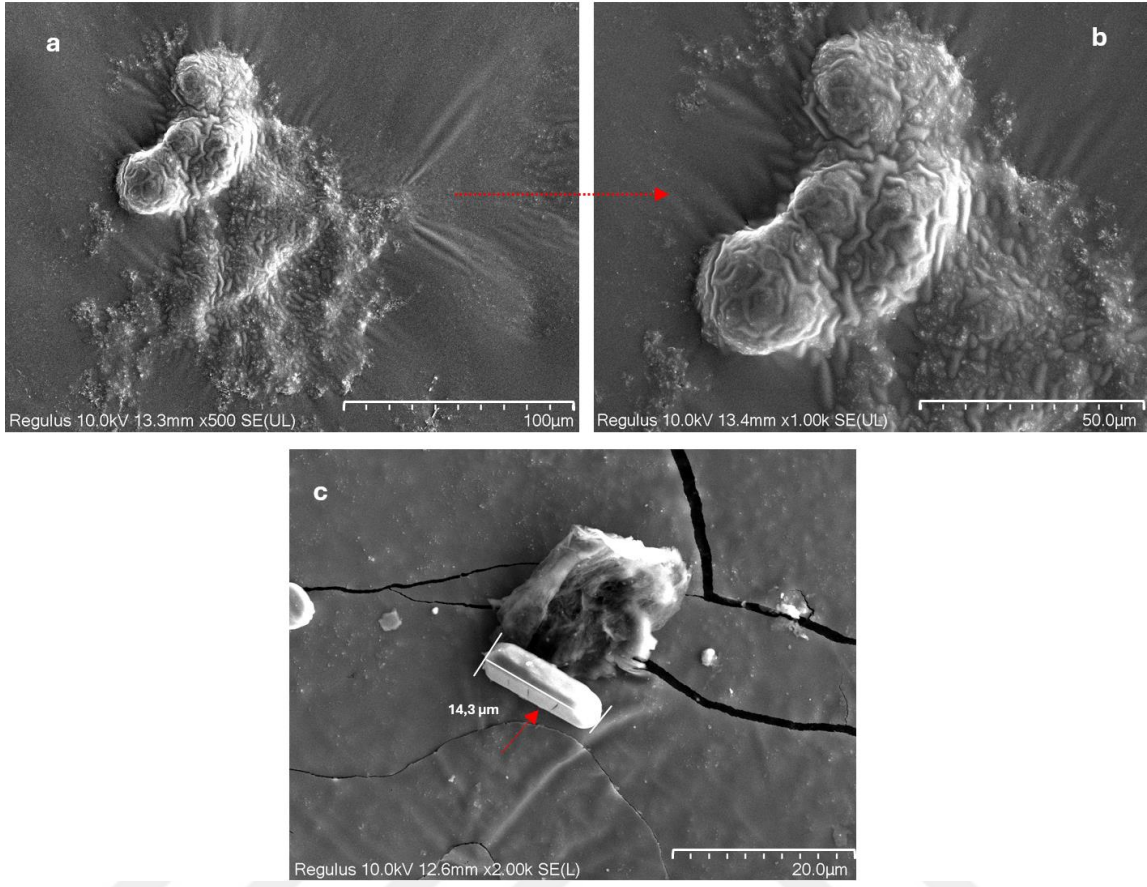
Şekil 4.30 Konvansiyonel Sistem dNF Öncesi FE-SEM Görüntüleri: (a) Bakteri Hücrelerinin Kümelenildiğinin Gözlendiği Yüzey Görünümü (5000x Büyütme); (b) Mikroplastik Benzeri Partiküllerin Genel Dağılımı (1000x Büyütme); (c) Yüzey Üzerinde Mikrometre Boyutunda Partiküller ve Dağınık Bakteriyel Oluşumlar (5000x Büyütme); (d) Küçük Partikül Kümelenmeleri ve Bakteriyel Yapıların Detaylı Görünümü (10.000x Büyütme).



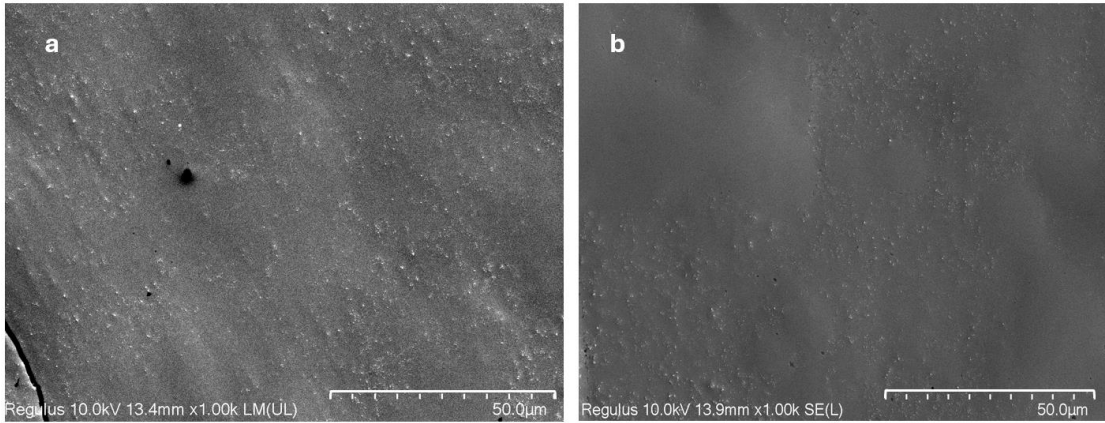
Şekil 4.31 Konvansiyonel Sistem dNF Sonrası FE-SEM Görüntüleri: (a) Geniş Yüzey Taramasında Partikül veya Bakteri Hücresi Gözlenmeyen Alan (1000x Büyütme); (b) Yüzey Üzerinde Düzensiz Dağılmış, Nanoboyutta ve Tanımlanamayan Partikül Benzeri Küçük Yapılar (10.000x Büyütme).

dNF öncesinde, MBR sisteminden elde edilen FE-SEM görüntülerinde (Şekil 4.32), düşük yoğunlukta partikül birikimleri ve düzensiz yapılar gözlemlenmiştir. Geniş alan taramalarında (Şekil 4.32a) homojen olmayan küçük birikim bölgeleri görülmüş, detaylı görüntülerde (Şekil 4.32b) düzensiz morfolojili yapıların yüzeyi kapladığı izlenmiştir. Yakın büyütmede (Şekil 4.32c) ise pürüzsüz görünümlü mikroplastik benzeri yapılar ve küçük partikül kalıntıları dikkat çekmiştir. Bu bulgular, ileri arıtım uygulanmış olmasına rağmen, MBR deşarj suyunda çok düşük miktarda da olsa mikrobiyal ve partikül kaynaklı kalıntıların bulunabileceğini göstermektedir.

dNF sonrasında, MBR sisteminden elde edilen FE-SEM görüntülerinde (Şekil 4.33), bakteriyel hücre yapıları veya mikroplastik partiküllere rastlanmamıştır. Görüntülerde yalnızca düşük yoğunluklu, homojen dağılmış, mikroskobik partikül benzeri oluşumlar izlenmiş olup, belirgin biyolojik veya sentetik partikül kalıntısına rastlanmamıştır. Bu bulgular, dNF sisteminin ileri arıtılmış atıksu üzerinde bile mevcut olabilecek son kalıntı partikülleri etkin şekilde giderdiğini göstermektedir.



Şekil 4.32 MBR Sistemi dNF Öncesi FE-SEM Görüntüleri: (a) Yüzeyde Düşük Yoğunlukta Partikül Birikimi ve Küçük Yapıların Genel Görünümü (500x Büyütme); (B) Birikim Alanına Ait Detaylı Görüntüde Düzensiz Morfolojili Yapıların İzlenmesi (1000x Büyütme); (c) Mikroplastik Benzeri Yapılar ve Partikül Kalıntılarının Yakın Görünümü (2000x Büyütme).



Şekil 4.33 MBR Sistemi dNF Sonrası FE-SEM Görüntüleri: (a-b) Bakteriyel Hücre veya Mikroplastik Partikül Bulunmayan, Düşük Partikül Yoğunluklu Yüzey Görünümleri.

4.4 FENTON YÖNTEMİ UYGULAMASI SONUÇLARI

Mikro ve nanoplastiklerin mikro-Raman spektroskopisi ile doğru şekilde analiz edilebilmesi amacıyla, atıksu numunelerinde bulunan organik maddelerin giderimi için Fenton yöntemi uygulanmıştır. Bu ön arıtma sürecinde, ısıtılı (Protokol 1, Yön1) ve ısıtmasız (Protokol 2, Yön 2) olmak üzere iki farklı protokol değerlendirilmiştir.

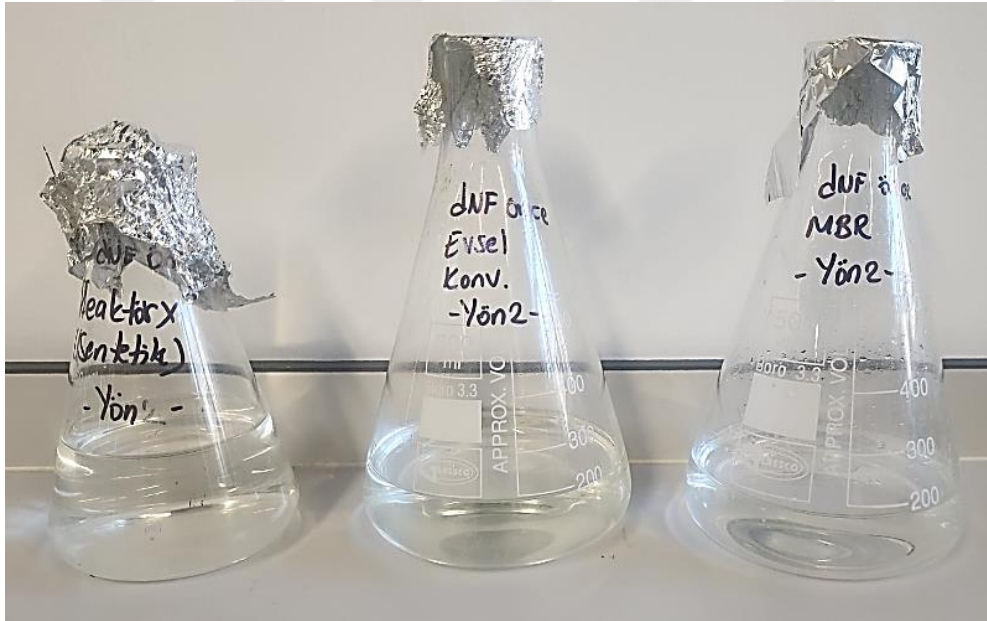
dNF öncesi Reaktör X sentetik atıksu, konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarj su (Konvansiyonel) ve ileri (MBR) evsel atıksu arıtma tesisi deşarj su numunelerine uygulanan protokollerin etkinliği, numunelerdeki mikroplastik yapısının korunumu ve organik madde uzaklaştırma verimliliği açısından karşılaştırılmıştır

Uygulanan protokoller sonucunda, ısıtılı Fenton işlemi (Yön1) uygulanan numunelerin dip kısmında belirgin bir turuncu renkli tortu oluşumu gözlemlenirken, ısıtma uygulanmayan protokolde (Yön2) bu tür bir çökelme oluşmamış, sadece dip kısmında, hafif bir tortu oluşmuştur. Bununla birlikte, her ikisinin de üst su fazından alınan numunelerde Bulanıklık (NTU), KOİ (mg/L) ve pH ölçümlerine bakılmış, KOİ giderim verimi yüzdesi Bölüm 3.6.2’de verilen denklem (3.10) yardımıyla hesaplamıştır (Tablo 4.16).

Elde edilen bulgular detaylı olarak aşağıdaki Şekil 4.34, Şekil 4.35 ve Tablo 4.16’da sunulmuştur



Şekil 4.34 dNF Öncesi Fenton Protokol-1 (Yön1) Uygulanan Numunelerde Gözlenen Çökeltme Görünümü (Üç Gün Oda Sıcaklığında Bekleme Ardından)



Şekil 4.35 dNF Öncesi Fenton Protokol-2 (Yön 2) Uygulanan Numunelerde Gözlenen Hafif Çökeltme Görünümü (Üç Gün Oda Sıcaklığında Bekleme Ardından)

Tablo 4.16 Fenton Yöntemi Öncesi ve Sonrasında Atıksu Numunelerinin Bulanıklık (NTU), Kimyasal Oksijen İhtiyacı (KOİ, mg/l) ve pH Değerlerindeki Ortalama Değişimler.

Numune	Fenton (Protokol 1 ve 2) Öncesi			Protokol -1 Fenton (60°C ısıtmalı)				Protokol -2 Fenton (Oda Sıc.)			
	Bulanıklık, NTU	KOİ, mg/L	pH	Bulanıklık, NTU	KOİ, mg/L	KOİ Giderim%	pH	Bulanıklık, NTU	KOİ, mg/L	KOİ Giderim %	pH
MBR Sistemi dNF Öncesi	14,21	75	7,61	1,18	6,4	91,47%	2,83	0,94	10	86,67%	2,3
Konvansiyonel Sistem dNF Öncesi	14,6	40	7,55	1,26	1,4	96,50%	3,04	1,45	9	77,50%	2,15
ReaktörX Sistemi dNF Öncesi	20,69	52	7,35	2,11	2,6	95,00%	2,65	1,77	28	46,15%	1,93

dNF öncesi Reaktör X sentetik atıksu, konvansiyonel ve MBR sistemi atıksu numunelerine uygulanan Fenton yöntemlerinin etkinliği, bulanıklık, kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ) ve pH değişimleri üzerinden değerlendirilmiştir (Tablo 4.11). Fenton öncesi ölçümlerde tüm numunelerde orta seviyede bulanıklık (14,21–20,69 NTU) ve değişken KOİ değerleri (40–75 mg/L) gözlenmiş, pH değerleri nötral aralıkta (7,61 – 7,35) bulunmuştur.

Protokol-1 (60°C ısıtmalı Fenton) uygulaması sonrası, en yüksek KOİ giderimi Konvansiyonel atıksu numunesinde gerçekleşmiş ve % 96,5 oranında azalma sağlanmıştır (40 mg/l'den 1,4 mg/l'ye düşmüştür). MBR atıksu numunesinde KOİ % 91,47 oranında azalmış (75 mg/l'den 6,4 mg/l'ye düşmüştür), ReaktörX sisteminde ise %95 oranında düşüş kaydedilmiştir (52 mg/l'den 2,6 mg/l'ye düşmüştür). Tüm numunelerde pH değerleri 2,65–3,04 aralığına inmiş, bulanıklıkta da ciddi düşüşler kaydedilmiştir.

Protokol-2 (oda sıcaklığında Fenton) uygulaması sonrası, MBR sistemi numunesinde % 86,7 KOİ azalışı gözlenmiştir (75 mg/L'den 10 mg/L'ye düşmüştür). Konvansiyonel sistemde % 77,5 ve ReaktörX sisteminde % 46,15 KOİ giderimi sağlanmıştır. Ancak bu protokolde pH değerlerinin daha düşük (1,93- 2,30) olması dikkat çekmiştir.

Sonuç olarak, her iki protokol organik madde gideriminde etkili olmuş, Protokol-1 KOİ'da daha yüksek verim sağlarken, Protokol-2 düşük pH değerleri (<2,3) göstermiştir. Bununla birlikte, Protokol-2 ise düşük pH (1,93–2,30) koşullarına rağmen PS MP'lerde yapısal bozulmaya yol açmamıştır. Bu durum, Referans 1 ve Referans 2 örneklerinin ışık mikroskobu ve mikro-Raman spektroskopisi ile gerçekleştirilen incelemelerle teyit edilmiştir.

4.4.1 Fenton Uygulamasının Mikroplastik Yapısına Etkilerinin Mikroskopik İncelemesi

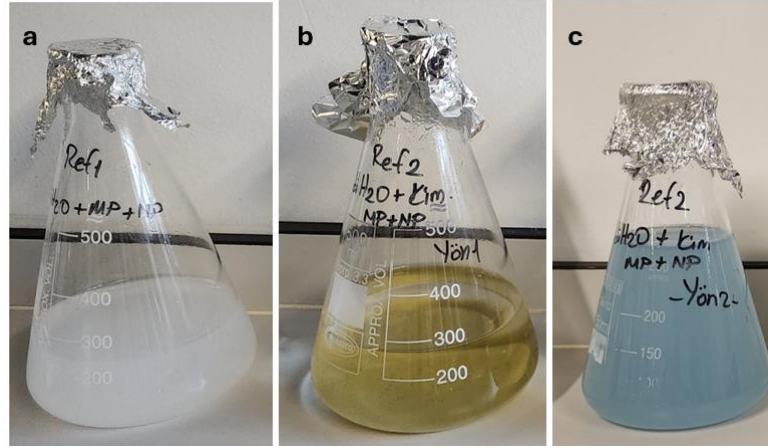
Atıksu numunelerindeki organik madde giderimi amacıyla uygulanan Fenton protokollerinin, polistiren mikroplastik partikülleri üzerindeki etkilerini değerlendirmek amacıyla, referans numuneler karşılaştırmalı olarak analiz edilmiştir (Şekil 4.36). Bu kapsamda, Fenton işlemi uygulanmamış Ref-1 numunesi ile Protokol-1 (Yön-1) ve Protokol-2 (Yön-2) protokollerinin uygulandığı Ref-2 numuneleri incelenmiştir.

Şekil 4.37'da sunulan görüntülerde:

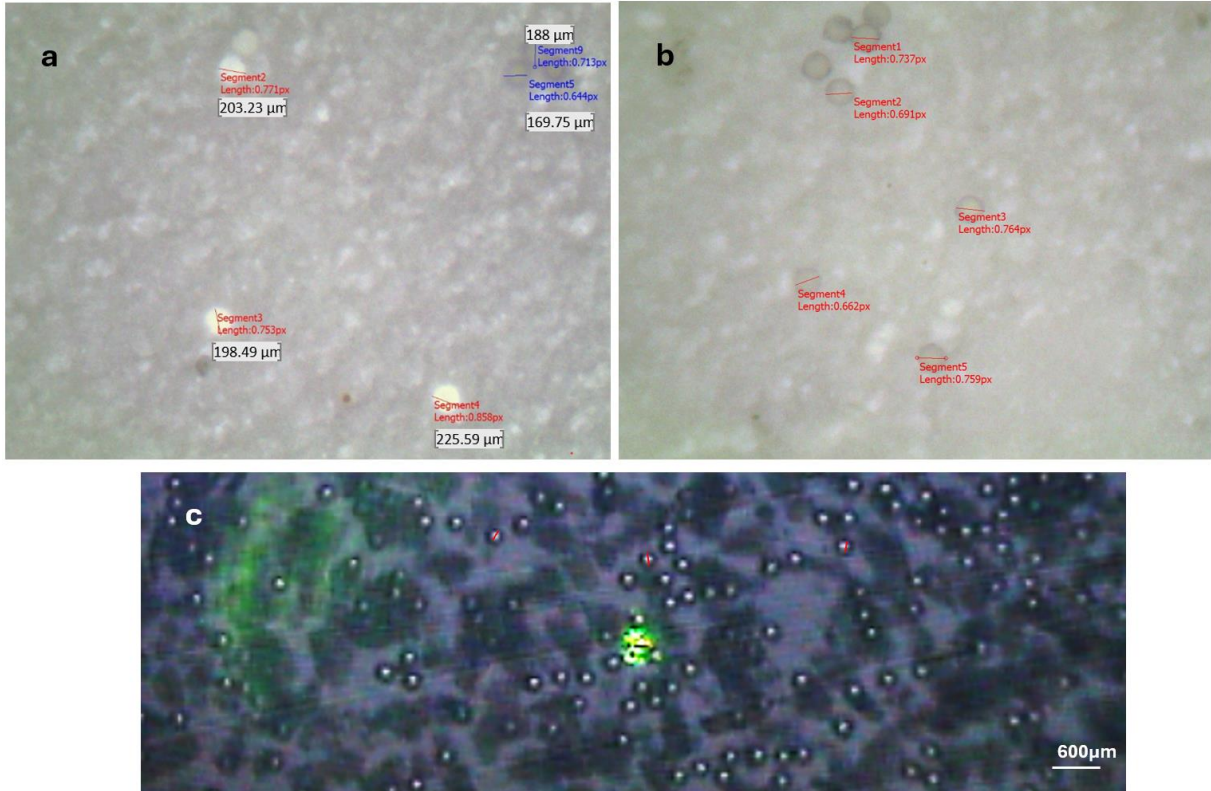
- (a) Ref-1 numunesinin ışık mikroskobu görüntüsü,
- (b) Protokol-2 (Yön-2) numunesinin ışık mikroskobu görüntüsü,
- (c) Protokol-1 (Yön-1) numunesinin Mikro-Raman cihazı optik mikroskobu ile elde edilen görüntüsü yer almaktadır.

Yapılan incelemeler sonucunda, her üç durumda da yaklaşık 200 μm boyutundaki polistiren (PS) partiküllerinde erime, yapışma, deformasyon veya görünür yapısal değişim gözlemlenmemiştir. Bu sonuçlar, uygulanan Fenton protokollerinin seçilen şartlar altında mikroplastiklerin fiziksel bütünlüğünü koruduğunu göstermektedir.

Referans numunelerine farklı boyutlarda (0,055 μm , 1 μm , 10 μm , 100 nm, 200 μm) polistiren partiküller eklenmiş olmasına karşın, ışık mikroskobu çözünürlük sınırları ve Jasco NRS-3100 Mikro-Raman cihazının optik görüntüleme kapasitesi nedeniyle yalnızca yaklaşık 200 μm boyutundaki partiküller doğrudan gözlemlenebilmiştir. Diğer küçük boyuttaki partiküller deney protokolü boyunca ortamda korunmuş, ancak cihaz sınırlamaları nedeniyle doğrudan görselleştirilememiştir.



Şekil 4.36 Steril Ultra Saf Su ve Mikroplastik İlavesi ile Hazırlanan (Bölüm 3.6.2) Referans Numunelerinin Üç Gün Oda Sıcaklığında Bekletilmesi Ardından Görünümü: (a) Fenton Uygulanmamış Ref 1 Numunesi, (b) Fenton Protokol 1 (Yön1) Uygulanan Ref 2 Numunesi, (c) Fenton Protokol 2 (Yön 2) Uygulanan Ref 2 Numunesi)



Şekil 4.37 (a) Fenton Yöntemi Uygulanmamış Ref-1 Numunesinin Işık Mikroskobu Görüntüsü (400x Büyütme, 1 Piksel = 263.6 μm), (b) Protokol-2 (Yön-2) Numunesinin Işık Mikroskobu Görüntüsü (400x Büyütme), (c) Protokol-1 (Yön-1) Numunesinin Jasco NRS-3100 Mikro-Raman Cihazı Optik Mikroskobu ile Elde Edilen Görüntüsü (20x Büyütme).

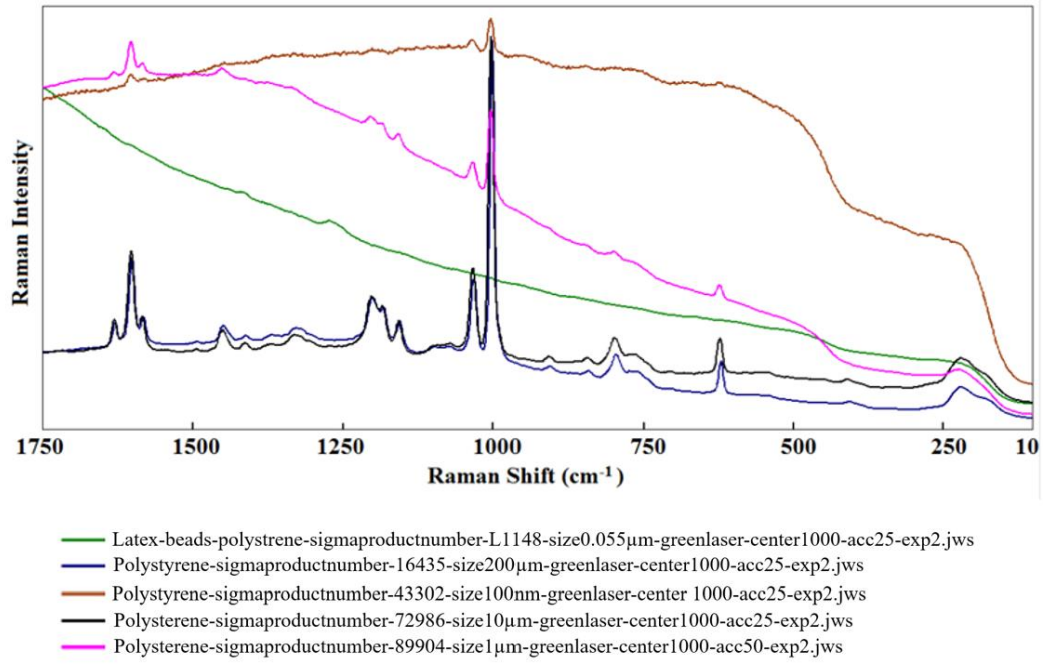
4.5 MİKRO-RAMAN SPEKTROSKOPİSİ İLE MİKRO-NANOPLASTİKLERİN ANALİZ SONUÇLARI

4.5.1 Referans (Ref1, Yön1-Ref 2 ve Yön2-Ref 2) Numunelerinin Analizi

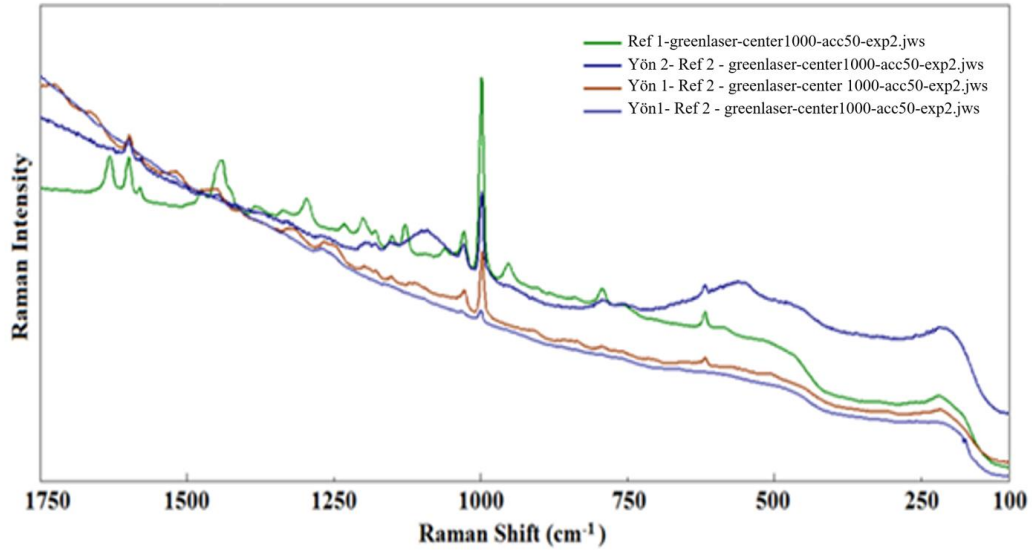
Bu çalışmanın ilk aşamasında, Sigma Aldrich firmasından temin edilen farklı boyutlardaki (0,055 μm , 100 nm, 1 μm , 10 μm ve 200 μm) ticari polistiren (PS) mikro- ve nanoplastikler, Jasco NRS-3100 model mikro-Raman spektrometresi kullanılarak ayrı ayrı analiz edilmiş ve elde edilen spektrumlar kayıt altına alınmıştır (Şekil 4.38). Bu referans spektrumları, ilerleyen aşamalarda gerçek atıksu örneklerinden elde edilecek spektrumlarla karşılaştırmalı analiz yapılabilmesi amacıyla oluşturulmuştur.

Ayrıca, Fenton Protokol-1 uygulanmış Ref-2 numunesi ile Fenton işlemi uygulanmamış Ref-1 numunesinden elde edilen mikroplastik spektrumlarının büyük ölçüde benzerlik göstermesi, uygulanan Fenton reaktiflerinin ve 60 °C'de gerçekleştirilen ısıtma işleminde polistiren esaslı mikroplastiklerin yapısal bütünlüğünü bozmadığını ortaya koymuştur (Şekil 4.39). Bu durum, sentetik atıksu numuneleri içerisinde gerçekleştirilen kimyasal ön işlemlerin, mikroplastiklerin Raman analizinde tanımlanabilirliğini olumsuz etkilemediğini göstermektedir.

Bununla birlikte, çalışmamızdaki atıksu numunelerinin incelenmesine TÜBİTAK -MAM'a ait HORIBA LabRAM Soleil RAMAN Mikro Spektroskopi cihazı ile devam edilmiştir.



Şekil 4.38 Sigma Aldrich Firmasından Temin Edilen Farklı Boyutlardaki (0,055 μm , 100 nm , 1 μm , 10 μm ve 200 μm) Ticari Polistiren (PS) Mikro ve Nanoplastiklere Ait Ayrı Ayrı Elde Edilen Jasco NRS -3100 Model Mikro Raman Spektrumları.



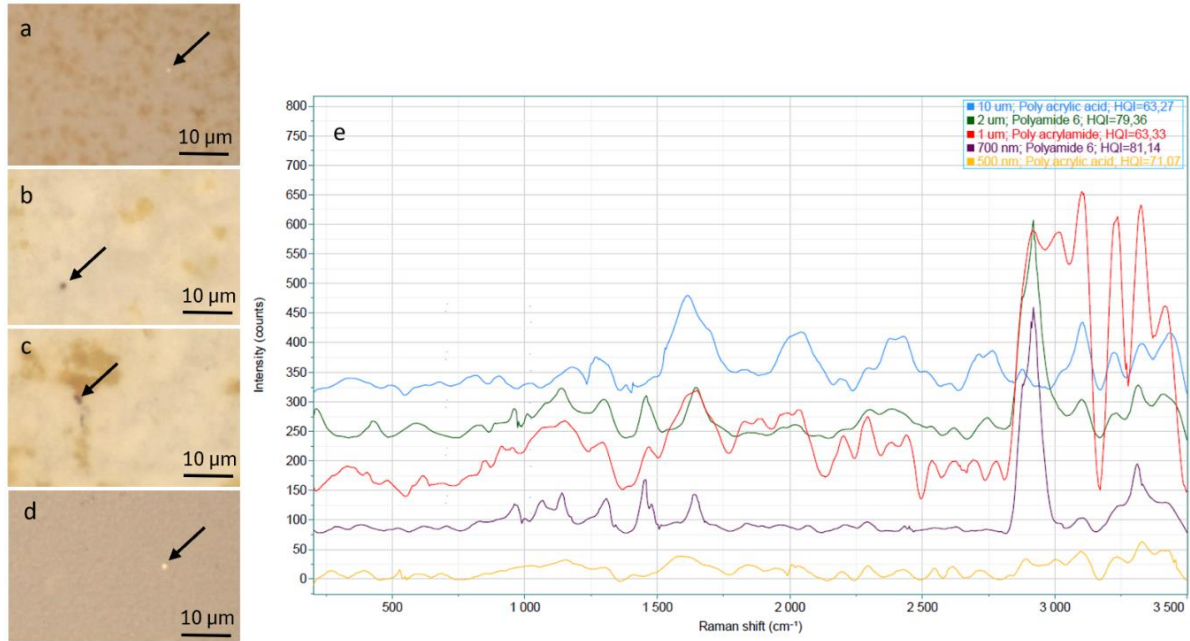
Şekil 4.39 Fenton Yöntemi Uygulanmamış Ref-1 Numunesi ile Fenton Protokol-1 (Ref-2) ve Fenton Protokol-2 (Ref-2) Uygulanmış Atıksu Numunelerine Ait Polistiren (PS) Mikroplastiklere Ait Elde Edilen Jasco NRS -3100 Model Mikro Raman Spektrumları.

4.5.2 Naylon Filtreler İle Yapılan Mikro-Nanoplastik Analizinin Geçersiz Pozitif Sonuçları

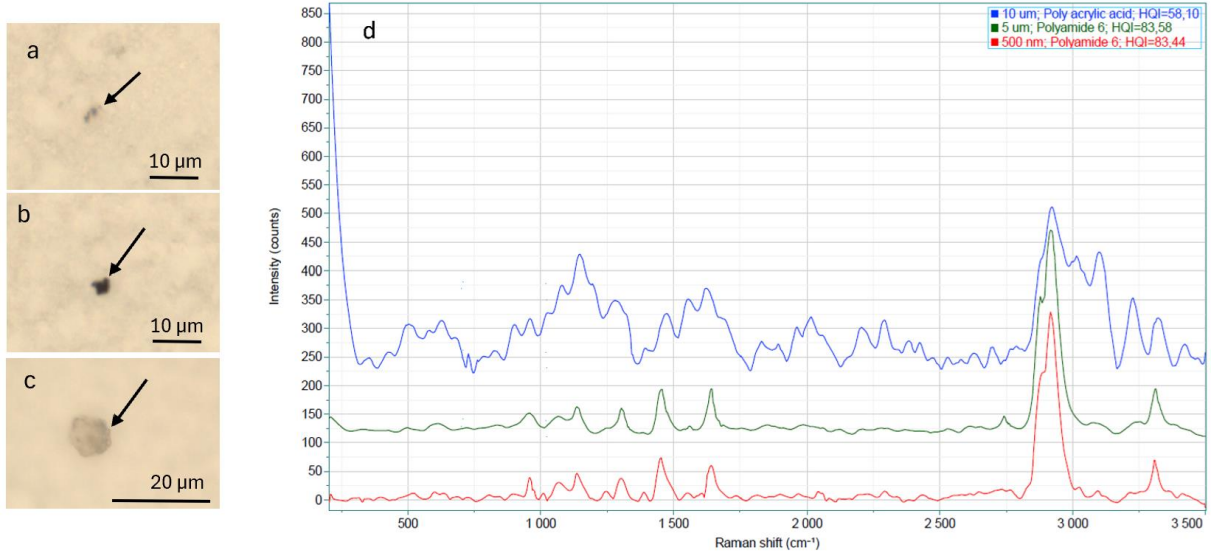
Çalışma kapsamında, mikro-Raman'da deneme çalışma için ilk aşamada Konvansiyonel evsel ve membran biyoreaktör (MBR) teknolojisine sahip ileri evsel atıksu arıtma tesislerinden temin edilen deşarj suları, laboratuvar ölçekli çok katmanlı direkt nanofiltrasyon pilot sistemi öncesinde, Bölüm 3.6.2'de detayları verilen Fenton Protokol-1 (Yön 1) yöntemi ile organik madde giderimi sağlandıktan sonra, iki tekrarlı şekilde 0,2 µm por açıklığına sahip naylon filtrelerden süzülüp, mikro-Raman analizi için hazırlanmıştır. Tüm kantitatif analizler (yoğunluk/boyut), her bir birincil filtrenin 5 noktalı taramasına dayandırılmıştır. Metot validasyonu için seçilen 7 numunede ikincil filtreler kullanılmış; spektral kaliteyi artırmak amacıyla da kimyasal karakterizasyonda destekleyici veri sağlanmıştır. Kullanılan filtre tipleri ve filtrasyon prosedürüne ilişkin detaylar Bölüm 3.6.5'te açıklanmıştır. Naylon membran filtreler üzerinde gerçekleştirilen mikro-Raman(µ-Raman) spektroskopisi (Horiba LabRAM Soleil) sonuçları aşağıdaki Şekil 4.40, Şekil 4.41, Şekil 4.42 ve Şekil 4.43'te sunulmaktadır.

Naylon membran filtreler ile yapılan çalışma, tanımlanan partiküllerin neredeyse hepsi, poliamid 6 (Naylon 6) (PA HQI>%80) olduğunu ve filtre yapısından dolayı bu durumun geçersiz pozitif sonuçlara neden olduğunu göstermiştir. Problemin çözümü için, sonraki aşamada rejenere selüloz (RC) membranların kullanımına geçilmiştir.

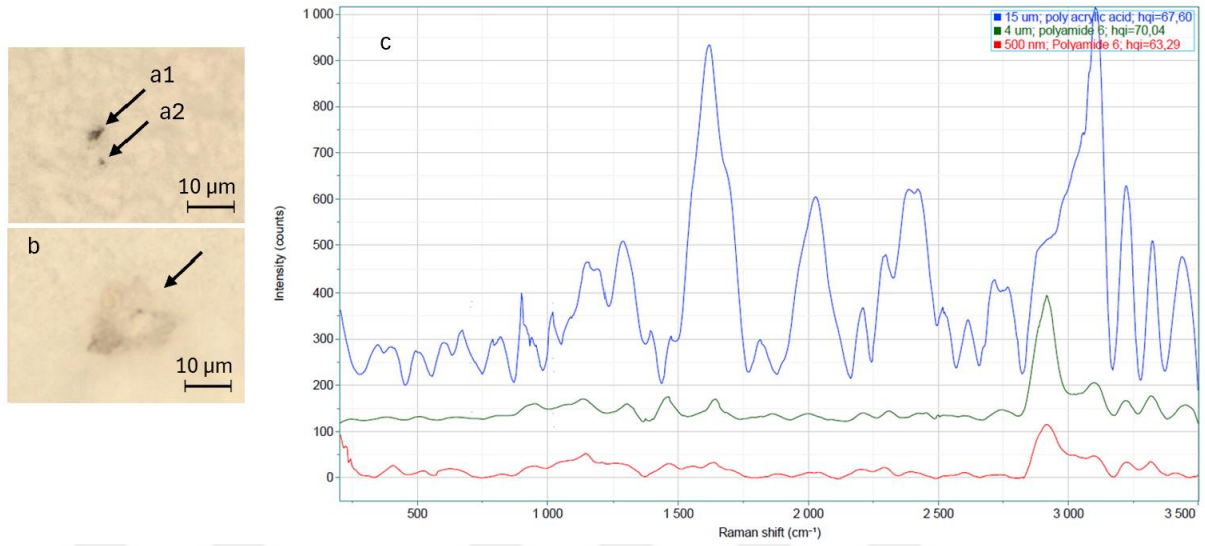
Bununla birlikte, mikro-Raman spektroskopisi uygulamalarında kullanılan membran filtrelerin analiz sonuçları üzerindeki etkisini değerlendirmek amacıyla hem naylon filtreler hem de Bölüm 4.5.3.1'de açıklanan rejenere selüloz (RC) membran filtre bulguları üzerinden, karşılaştırmalı verileri içeren Tablo 4.17 ve Şekil 4.56, Şekil 4.57'te gösterilmektedir.



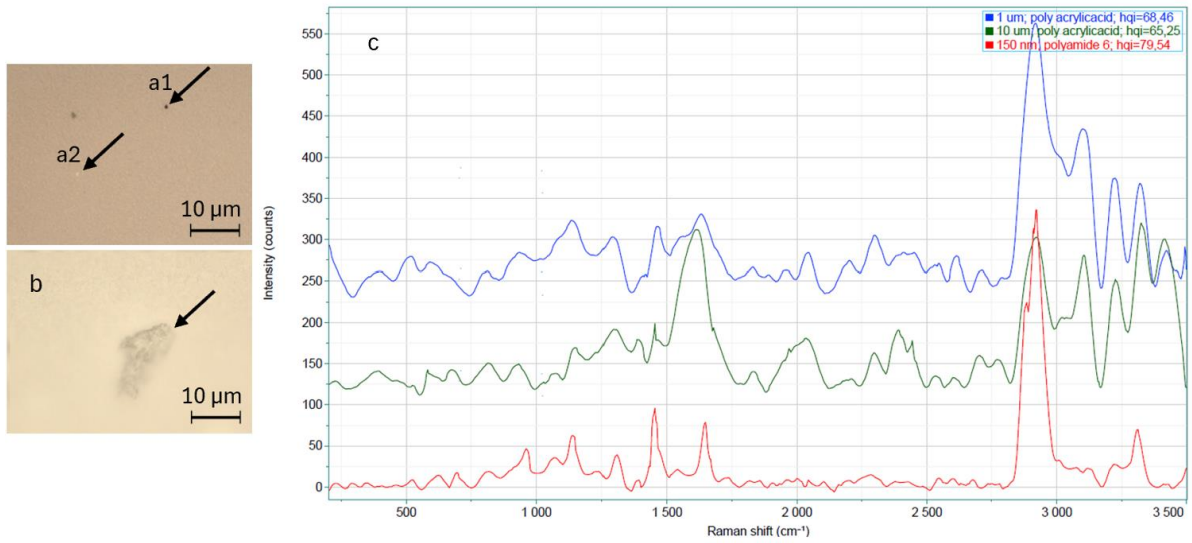
Şekil 4.40 Konvansiyonel Sistem Atıksu Numunelerinin (Yön 1, naylon membran filtre ile süzölmüş, dNF öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: (a) 500 nm Poliakrilik Asit (PAA; HQI: %71,07), (b) 1 μ m Poliakrilamid (PAM; %63,33), (c) 2 μ m Poliamid 6 (PA 6; %79,36), (d) 700 nm Poliamid 6 (PA 6; %81,14), (e) Karşılaştırmalı Spektrumları.



Şekil 4.41 MBR Sistem Atıksu Numunelerinin (Yön 1, Naylon Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: (a) 500 nm Poliamid 6 (PA 6, HQI: %83,44), (b) 5 μ m Poliamid 6 (PA 6, HQI: %83,58), (c) 10 μ m Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %58,10) ve (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.



Şekil 4.42 Ultra Saf Su Numunelerinin (Yön 1, Naylon Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF öncesi) Örnek Mikroskobik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: (a1) 4 μ m Poliamid 6 (PA 6, HQI: %70,04), (a2) 500 nm Poliamid 6 (PA 6, HQI: %63,29), (b) 15 μ m Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %67,60) ve (c) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.



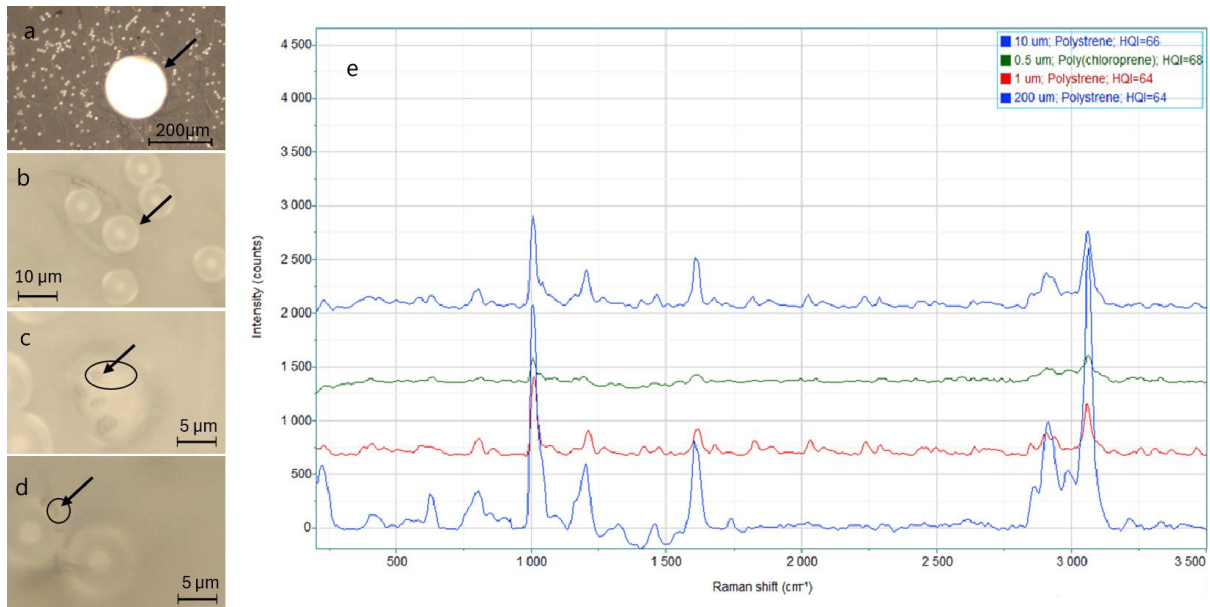
Şekil 4.43 Boş (Şahit) Naylon Membran Filtrelerinin Örnek Mikroskobik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: (a1) 1 μ m Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %68,46), (a2) 150 nm Poliamid 6 (PA 6, HQI: %79,54), (b) 10 μ m Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %65,25), (c) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.

4.5.3 Rejenere Selüloz (RC) Filtreler İle Yapılan Mikro-Nanoplastik Analizleri

4.5.3.1 dNF Öncesi Fenton – Protokol 1 (Yön1) Numunelerinin Analizi

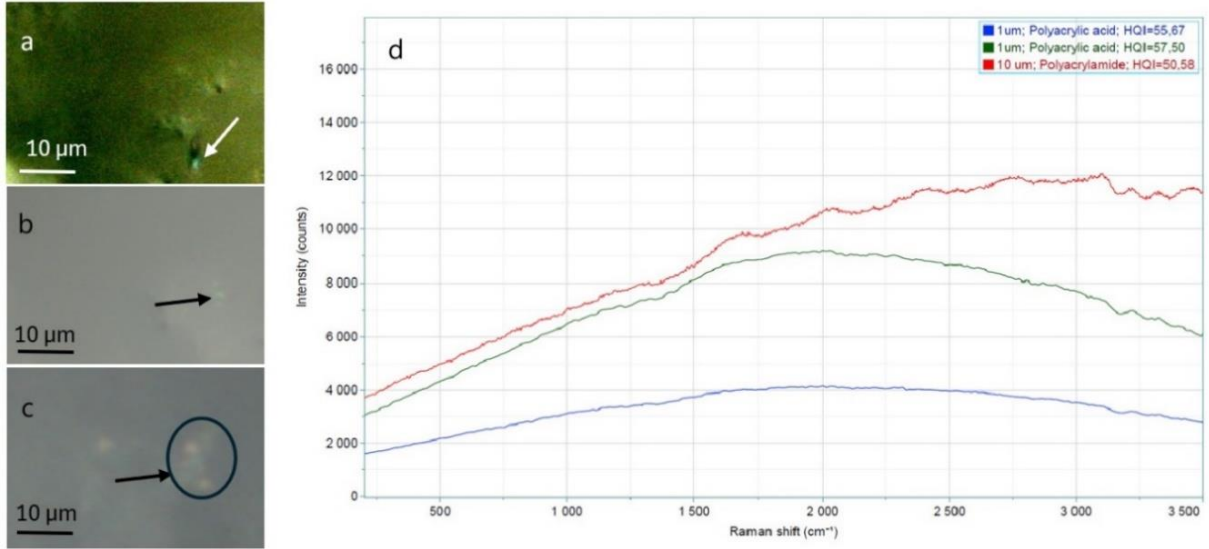
dNF Öncesi Reaktör X sentetik atıksu, konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarj suyu (Konvansiyonel) ve MBR teknolojisi bulunan ileri evsel atıksu arıtma tesisi deşarj su numunelerine Yön1 İşlemi Uygulanıp, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre Kullanılarak Süzülmesi ardından, Horiba LabRAM Soleil mikro-Raman analizine tabi tutulmuştur. Tüm kantitatif analizler (yoğunluk/boyut), her bir birincil filtrenin 5 noktalı taramasına dayandırılmıştır. Metot validasyonu için seçilen 7 numunede ikincil filtreler kullanılmış; spektral kaliteyi artırmak amacıyla da kimyasal karakterizasyonda destekleyici veri sağlanmıştır. 50x Objektif ile görüntülenen mikroskobik görüntüler ve ilgili mikro-Raman (μ -Raman) spektrum örnekleri Şekil 4.44, Şekil 4.45, Şekil 4.46 ve Şekil 4.47’te verilmiştir.

ReaktörX, Konvansiyonel ve MBR sistemlerinden alınan numunelerde, özellikle Polistiren (PS), Poliakrilik Asit (PAA), Polikarbonaat (CR), Poliakrilamid (PA), Poliviniliden Florür (PVDF) ve Polyester (PET) gibi polimerler tespit edilmiştir. Boyutlar genellikle 0,5 μm ile 200 μm arasında değişmektedir. Özellikle ReaktörX ve MBR sistemlerinde 2–10 μm aralığındaki partiküllerin yoğunlaştığı gözlenmiştir.

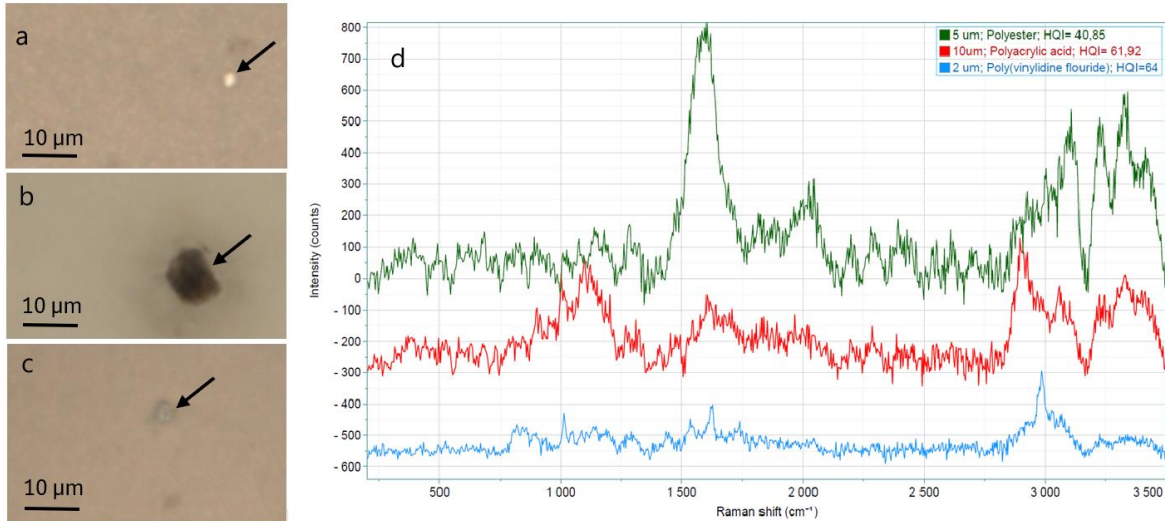


Şekil 4.44 Reaktör X Sentetik Atıksu Numunelerinin (Yön 1, Rejenere Selüloz (RC) Filtre ile Süzülüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskobik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları:

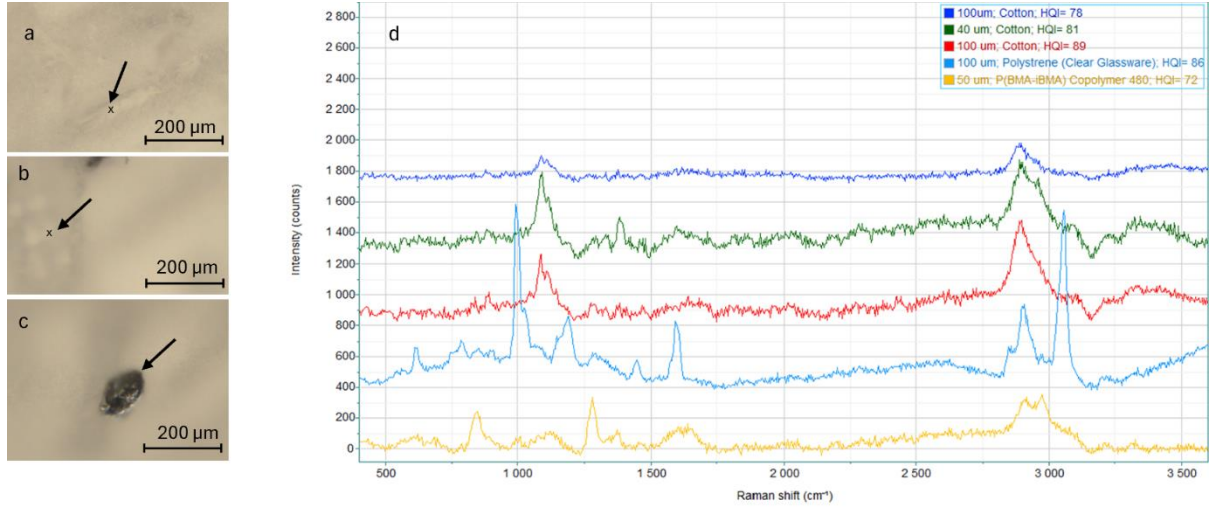
(a) 200 μm polistiren (PS, HQI:64), (b) 10 μm polistiren (PS, HQI:66), (c) 1 μm polistiren (PS, HQI:64), (d) 0,5 μm polikloropren (CR, HQI:68), (e) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.



Şekil 4.45 Konvansiyonel Sistem Atıksu Numunelerinin (Yön 1, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: (a) 1 μm Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %57,50), (b) 1 μm Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %55,67), (c) 10 μm Poliakrilamid (PA, HQI: %50,58), (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.



Şekil 4.46 MBR Sistem Atıksu Numunelerinin (Yön 1, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: (a) 2 μm Poliviniliden Florür (PVDF, HQI: %64,0), (b) 10 μm Poliakrilik Asit (PAA, HQI: %61,92), (c) 5 μm Polyester (PET, HQI: %40,85) ve (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.



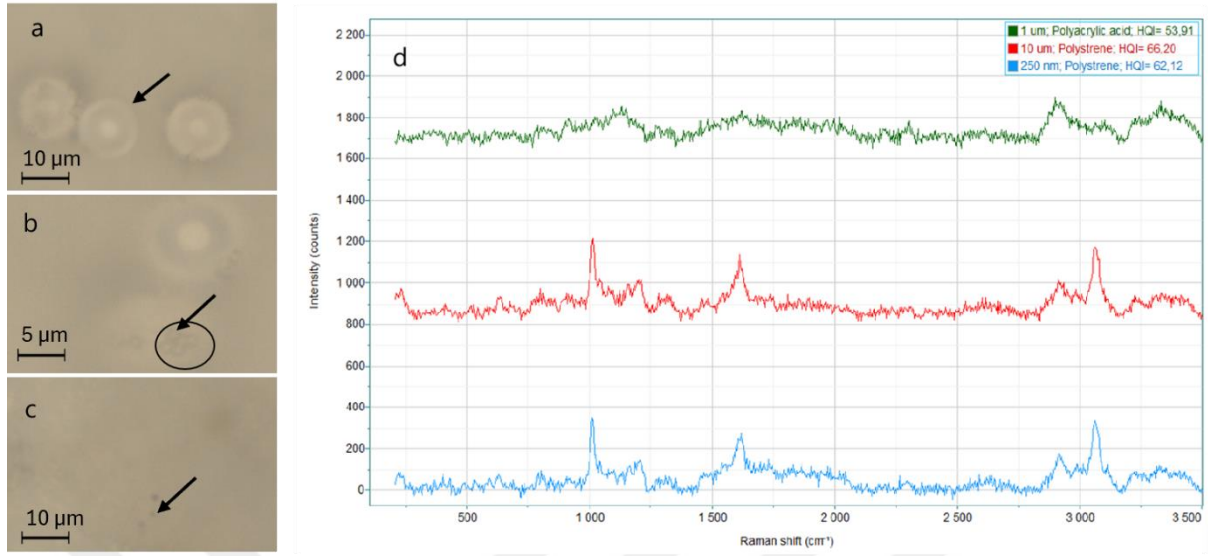
Şekil 4.47 Ultra Saf Su Numunelerinin (Yön 1, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: a) 100 μ m Pamuk (HQI: %78), (b) 100 μ m Pamuk (HQI: %89), (c) 50 μ m Kopolimer PBMA-IBMA (HQI: %72), (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.

4.5.3.2 dNF Öncesi Fenton – Protokol 2 (Yön 2) Numunelerinin Analizi

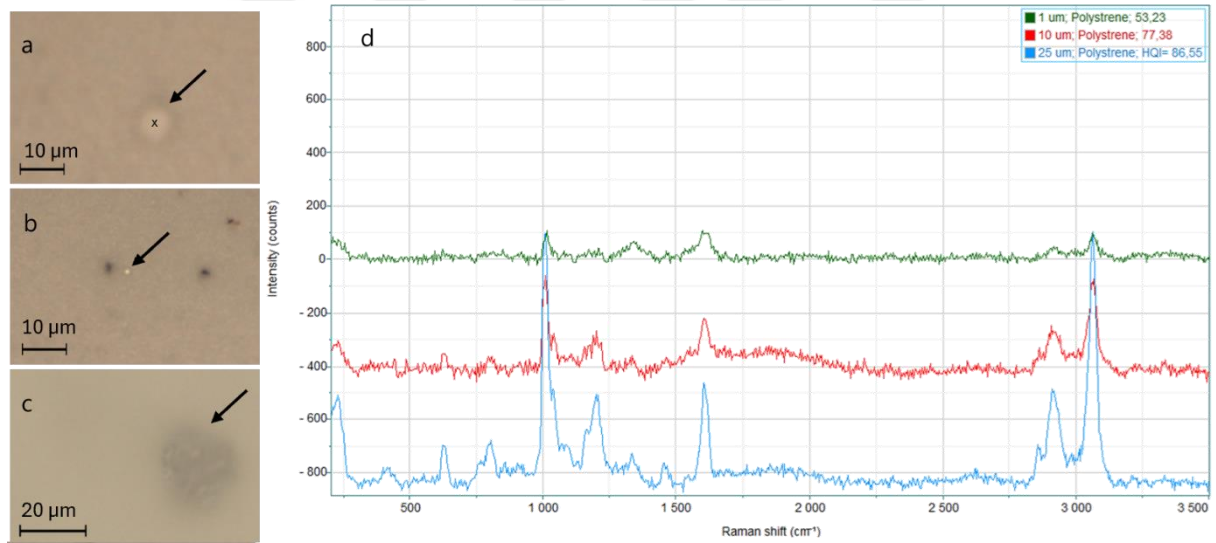
dNF Öncesi Reaktör X sentetik atıksu, konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarj suyu (Konvansiyonel) ve MBR teknolojisi bulunan ileri evsel atıksu arıtma tesisi deşarj su numunelerine ayrıca Yön2 İşlemi Uygulanıp, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre Kullanılarak Süzölmesi ardından, Horiba LabRAM Soleil mikro-Raman analizine tabi tutulmuştur.

Tüm kantitatif analizler her bir birincil filtrenin 5 noktalı taramasına dayandırılmıştır. Metot validasyonu için seçilen 7 numunede ikincil filtreler kullanılmış; spektral kaliteyi artırmak amacıyla da kimyasal karakterizasyonda destekleyici veri sağlanmıştır. 50x Objektif ile Görüntölenen Mikroskopik Görüntüler ve İlgili Mikro-Raman (μ -Raman) Spektrum Örnekleri Şekil 4.48, Şekil 4.49 ve Şekil 4.50’de sunulmuştur.

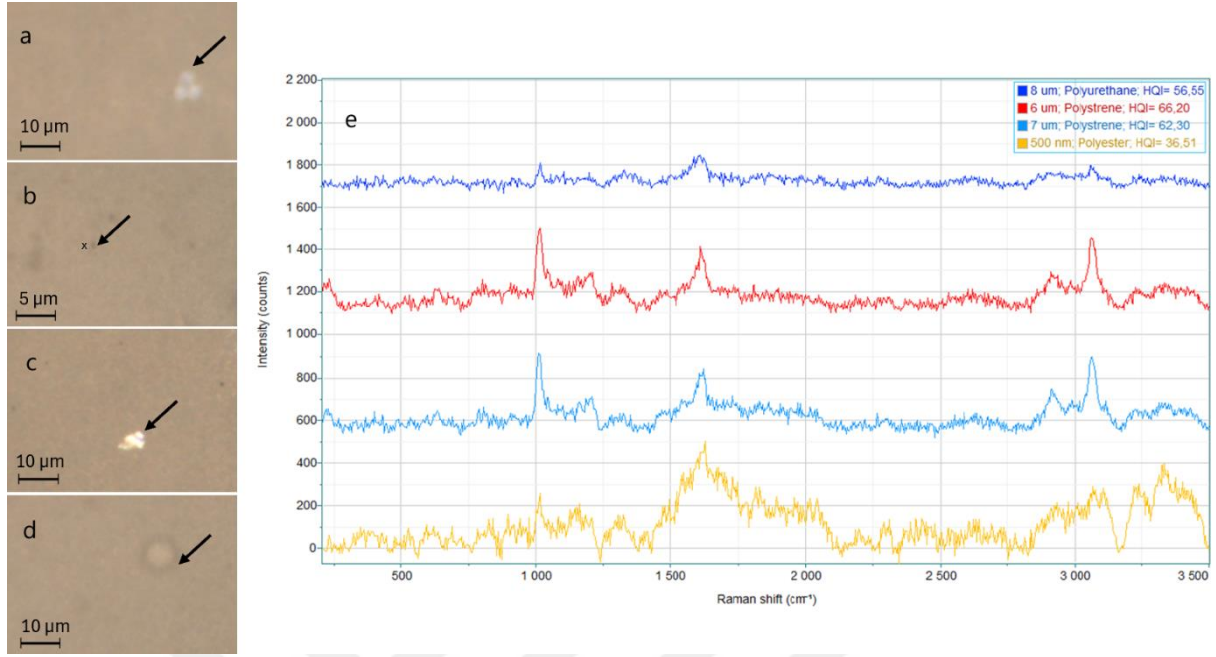
Yön2 protokolü uygulanan örneklerde, özellikle Polistiren (PS) partikülleri daha baskın bulunmuştur. ReaktörX, Konvansiyonel ve MBR sistemlerinde ağırlıklı olarak 250 nm ile 10 μ m arasında değişen boyutlarda PS partikülleri tespit edilmiştir. Ayrıca 500 nm civarında Polyester (PET) ve 8 μ m civarında Poliüretan (PU) partikülleri de tanımlanmıştır.



Şekil 4.48 Reaktör Sistemi Atıksu Numunelerinin (Yön 2, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: a) 1 μ m Poliakrilik Asit (PAA, HQI:53,91), (b) 10 μ m Polistiren (PS, HQI:66,20), (c) 250nm polistiren (PS, HQI:61,12), (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.



Şekil 4.49 Konvansiyonel Sistem Atıksu Numunelerinin (Yön 2, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: (a) 1 μ m Polistiren (PS, HQI:53,23), (b) 10 μ m Polistiren (PS, HQI:77,38), (c) 25 μ m Polistiren (PS, HQI:86,55), (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.



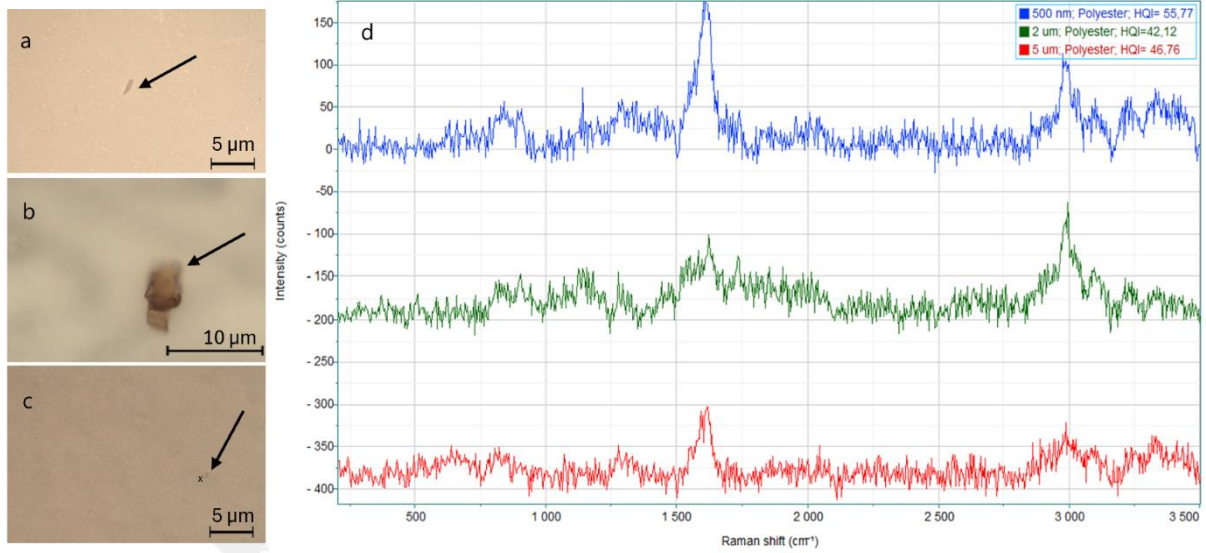
Şekil 4.50 MBR Sistem Atıksu Numunelerinin (Yön 2, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Öncesi) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: (a) 7 μ m Polistiren (PS, HQI:62,30), (b) 500 nm Polyester (HQI:36,51), (c) 8 μ m Poliüretan (PU, HQI:56,55), (d) 6 μ m Polistiren (PS, HQI:36,51), (e) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.

4.5.3.3 dNF Sonrası Reaktör X Sentetik Atıksu, Konvansiyonel ve MBR Atıksu Numunelerinin Analizi

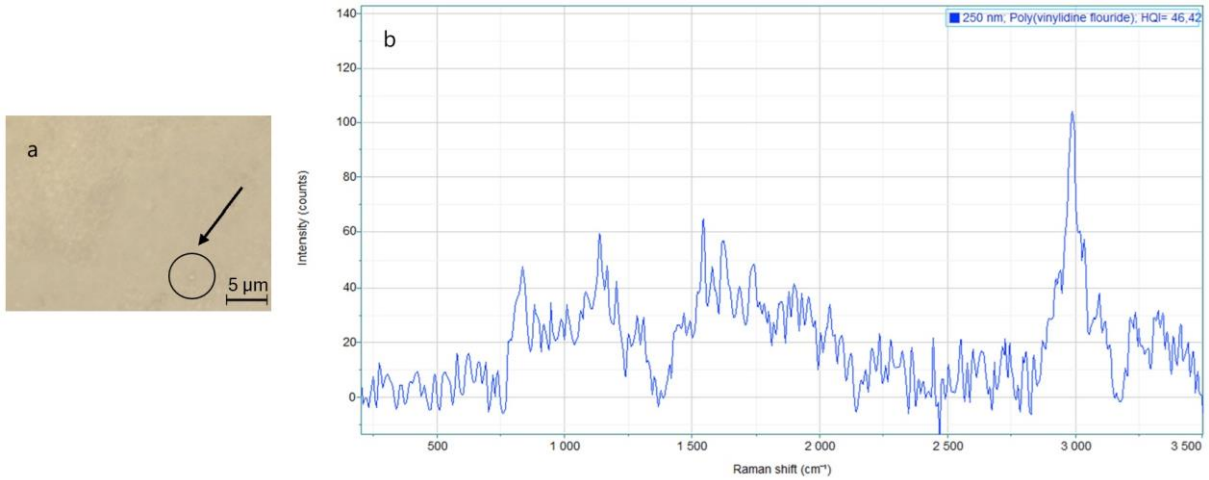
dNF Sisteminden geçirilen Reaktör X sentetik atıksuyu, konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarj suyu (Konvansiyonel) ve MBR teknolojisi bulunan ileri evsel atıksu arıtma tesisi deşarj suyu numuneleri, Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre Kullanılarak Süzölmesi ardından, Horiba LabRAM Soleil mikro-Raman analizine tabi tutulmuştur. Tüm kantitatif analizler (yoğunluk/boyut), her bir birincil filtrenin 5 noktalı taramasına dayandırılmıştır. Metot validasyonu için seçilen 7 numunede ikincil filtreler kullanılmış; spektral kaliteyi artırmak amacıyla da kimyasal karakterizasyonda destekleyici veri sağlanmıştır. 50x Objektif ile Görüntülenen Mikroskopik Görüntüler ve İlgili Mikro-Raman (μ -Raman) Spektrum Örnekleri Şekil 4.51, Şekil 4.52 ve Şekil 4.53’de sunulmuştur.

dNF işlemi sonrasında tüm sistemlerde (Konvansiyonel, ReaktörX, MBR) mikropplastik partikül yoğunluğunda önemli bir azalma kaydedilmiştir. Buna rağmen, bazı partiküllerin filtreyi geçebildiği ve özellikle Polyester (PET) ve Poliviniliden Florür (PVDF) gibi daha kristalin yapıdaki polimerlerin sistemlerde kalabildiği tespit edilmiştir. Konvansiyonel sistemde, 2–5 μ m boyutunda PET partikülleri tespit edilmiştir. ReaktörX sisteminde, 250 nm boyutunda

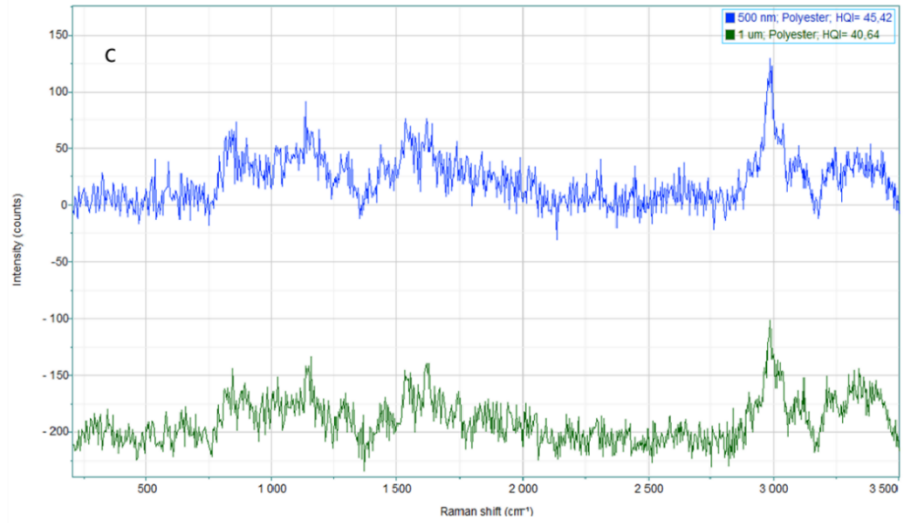
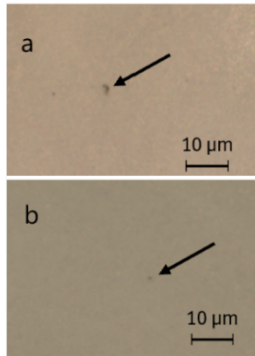
PVDF partikülü kaydedilmiştir. MBR sisteminde ise 1–2 μm aralığında PET partikülleri tanımlanmıştır.



Şekil 4.51 Konvansiyonel Sistem Atıksu Numunelerinin (Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Sonrası) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: (a) 2 μm Polyester (PET, HQI:42,12), (b) 5 μm Polyester (PET, HQI:46,76), (c) 500 nm Polyester (PET, HQI:55,77), (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.

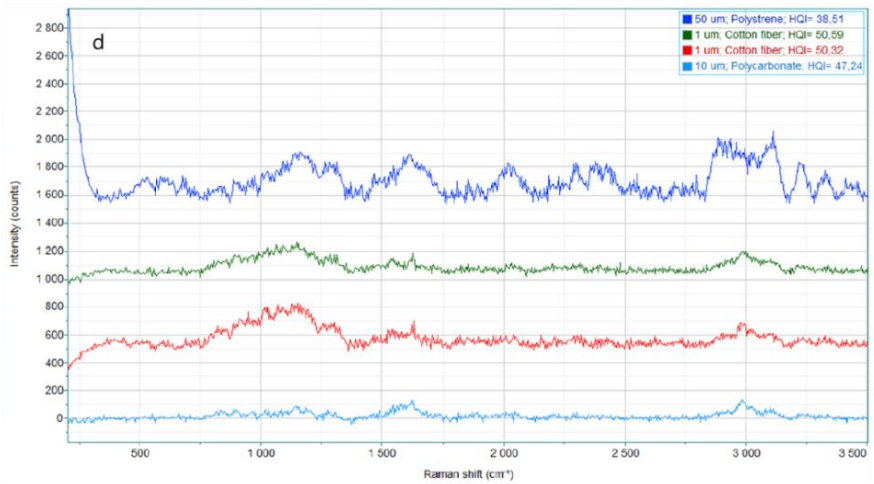
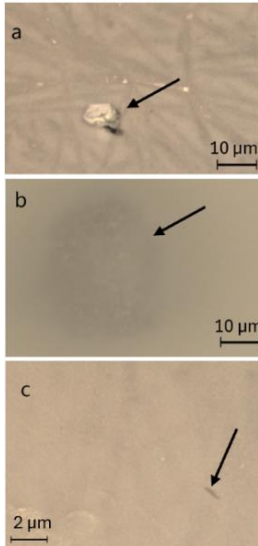


Şekil 4.52 Reaktör X Sentetik Atıksu Numuneleri İçin (Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Sonrası) Örnek Mikroskopik Görüntü (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumu (a) 250 nm Poliviniliden Florür (PVDF, HQI:46,42), (b) İlgili Mikro-Raman Spektrumu.



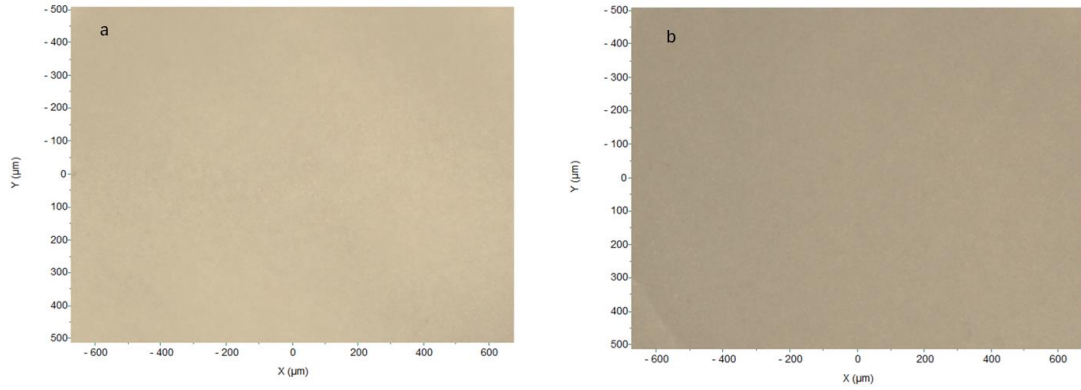
Şekil 4.53 MBR Sistemi Atıksu Numuneleri (Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Sonrası) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: (a) 1 μ m Polyester (PET, HQI:40,64), (b) 500 nm Polyester (PET, HQI:45,42), (c) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.

Kontaminasyon kontrolü amacıyla rejenere selüloz şahit (boş) RC filtreler, 50x objektif ile görüntölenen mikroskopik görüntüleri ve ilgili mikro-Raman (μ -Raman) spektrumları örnekleri Şekil 4.54'te sunulmaktadır.



Şekil 4.54 Boş (Şahit) Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtrelerinin Örnek Mikroskopik Görüntüleri (50x objektif) ve İlgili μ -Raman Spektrumları: (a) 10 μ m Polikarbonat (PC) (HQI: %47,24), (b) 50 nm Polistiren (PS) (HQI: %38,51), (c) 1 μ m Pamuk Lifi (HQI: %50,59) ve (d) Karşılaştırmalı Mikro-Raman Spektrumları.

Şekil 4.55'te boş şahit RC filtreler kullanılarak yapılan analizlerinde, Polikarbonat (PC), Polistiren (PS), Pamuk Lifi gibi polimerler tespit edilmiştir.



Şekil 4.55 Ultra Saf Su Numunelerinin (Rejenere Selüloz (RC) Membran Filtre ile Süzölmüş, dNF Sonrası) Örnek Mikroskopik Görüntüleri (5x Objektif), Mikro-Raman Spektrumu Alınamamıştır.

Tablo 4.17 Seçilen Şüpheli Mikro ve Nanoplastik Partiküllerin, Kullanılan Naylon ve RC Membran Filtre Tipine Göre Mikro- Raman Spektrumlarının Referans Kütüphane ile Karşılaştırılması ve Elde Edilen Eşleşme Kalitesi (HQI) Yüzdeleri.

Filtre Membran Tipi	Numune Kaynağı	Analiz Edilen Partikül Boyutu Aralığı	Polimer Türü	HQI (Eşleşme Kalitesi) (%)
Naylon	Konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi çıkış numunesi (dNF önce)	1 µm	Poliakrilamid (PAM)	63,33%
		700 nm	Poliamid 6 (PA 6)	81,14%
		2 µm	Poliamid 6 (PA 6)	79,36%
		500 nm	Poliakrilik asit (PAA)	71,07%
Rejenere Selüloz (RC)	Konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi çıkış numunesi (dNF önce)	1 µm	Poliakrilik asit (PAA)	57,50%
		1 µm	Poliakrilik asit (PAA)	55,67%
		10 µm	Poliakrilamid (PAM)	50,58%
Naylon	İleri (MBR) evsel atıksu arıtma tesisi çıkış numunesi (dNF önce)	10 µm	Poliakrilik asit (PAA)	63,27%
		5 µm	Poliamid 6 (PA 6)	83,44%
		500 nm	Poliamid 6 (PA 6)	83,58%
Rejenere Selüloz (RC)	İleri (MBR) evsel atıksu arıtma tesisi çıkış numunesi (dNF önce)	5 µm	Polyester (PET)	40,85%
		2 µm	Poliviniliden florür (PVDF)	64,00%
		10 µm	Poliakrilik asit (PAA)	61,92%
Naylon	Boş membran filtre	1 µm	Poliakrilik asit (PAA)	68,46%
		10 µm	Poliakrilik asit (PAA)	65,25%
		150 nm	Poliamid 6 (PA 6)	79,54%

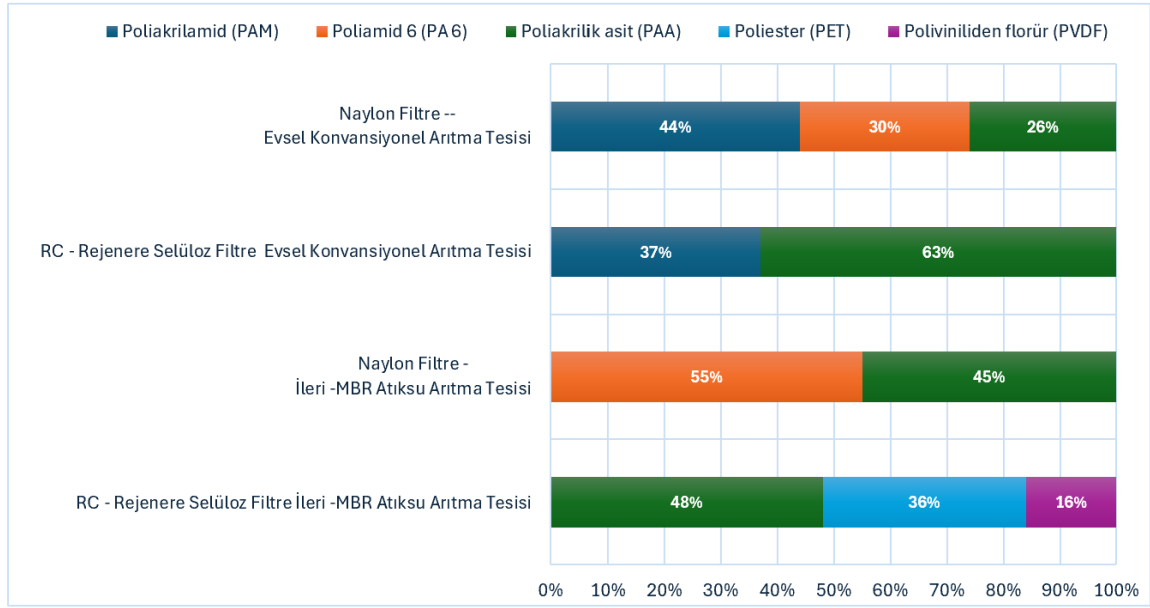
Tablo 4.17 (devam) Seçilen Şüpheli Mikro ve Nanoplastik Partiküllerin, Kullanılan Naylon ve RC Membran Filtre Tipine Göre Mikro- Raman Spektrumlarının Referans Kütüphane ile Karşılaştırılması ve Elde Edilen Eşleşme Kalitesi (HQI) Yüzdeleri.

Rejenere Selüloz (RC)	Boş membran filtre	10 μm	Polikarbonat (PC)	47,24%
		50 nm	Polistiren (PS)	38,51%
Naylon	Ultra saf su	15 μm	Poliakrilik asit (PAA)	67,60%
		4 μm	Poliamid 6 (PA 6)	70,04%
		500 nm	Poliamid 6 (PA 6)	63,29%
Rejenere Selüloz (RC)	Ultra saf su	100 μm	Polistiren (PS)	86,00%

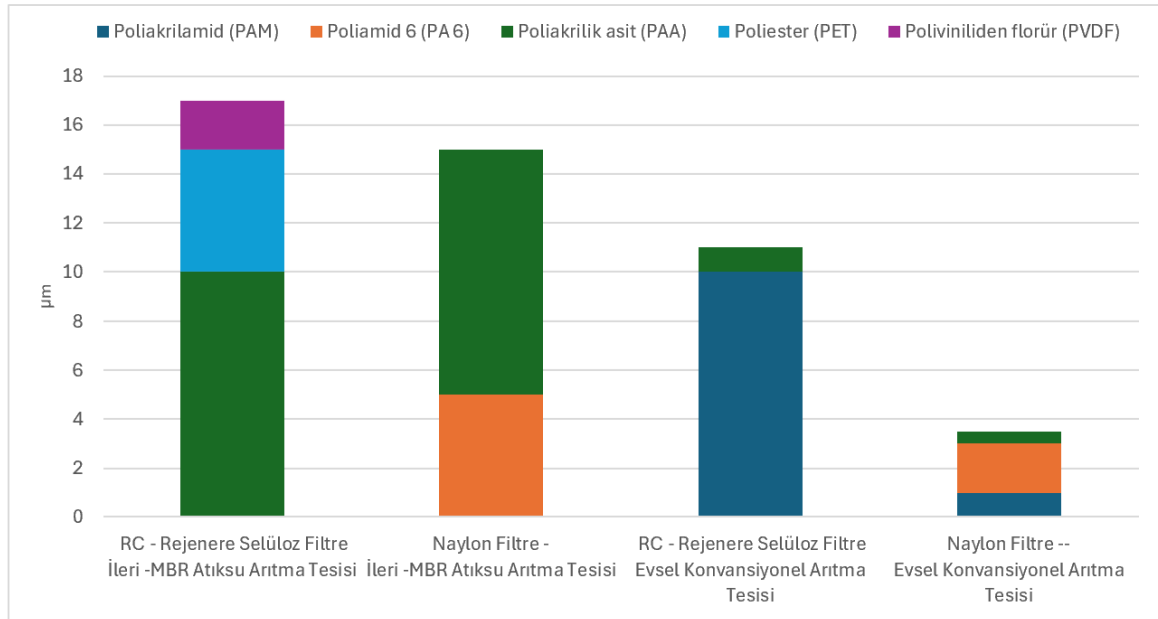
* Bu tabloda yalnızca sık karşılaşılan polimerik maddeler belirtilmiştir. Polimerik olmayan maddeler değerlendirmeye dahil edilmemiştir.

Tablo 4.17 ve aşağıda sunulan Şekil 4.56'da konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi ve ileri (MBR) evsel atıksu arıtma tesisi deşarj numunelerinin, naylon ve rejenere selüloz (RC) membran filtreler kullanılarak mikro-Raman spektroskopisi ile analiz edilmesi sonucunda tespit edilen polimer türleri ve bunlara ait eşleşme (HQI) yüzdeleri sunulmaktadır. Naylon membran filtreler ile gerçekleştirilen çalışmalarda, özellikle poliamid 6 (PA 6) ve poliakrilik asit (PAA) polimerlerinin yüksek yüzdelerde ve boş filtre kontrollerinde dahi tespit edildiği gözlemlenmiştir. Buna karşılık, RC membran filtreler ile süzülen numunelerde polyester (PET), poliviniliden florür (PVDF) gibi farklı polimer türlerinin daha belirgin olduğu ve HQI değerlerinin genel olarak daha düşük aralıklarda seyrettiği belirlenmiştir. Bu bulgular, kullanılan membran filtre tipinin mikro-Raman analiz sonuçları üzerinde önemli bir etkisi olabileceğini ve naylon filtrelerin özellikle küçük boyutlu partikül analizlerinde geçersiz pozitif sonuçlara yol açabileceğini göstermektedir.

Şekil 4.57'de de ileri (MBR) evsel atıksu arıtma tesisi ve konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarj su numuneleri üzerinde, naylon ve rejenere selüloz (RC) membran filtreler kullanılarak gerçekleştirilen mikro-Raman analizleri sonucunda tespit edilen polimer türleri ve bunlara ait partikül boyutlarının (μm) dağılımları sunulmaktadır. Rejenere selüloz filtrelerle süzülen numunelerde, poliakrilik asit (PAA), poliester (PET) ve poliviniliden florür (PVDF) gibi farklı polimer türlerinden oluşan partiküllerin daha geniş bir boyut aralığında (yaklaşık 18 μm 'ye kadar) tespit edildiği gözlemlenmiştir. Buna karşılık, naylon filtreler ile süzülen numunelerde poliamid 6 (PA 6) ve poliakrilik asit (PAA) partikülleri ağırlıklı olarak daha küçük boyut aralığında sınırlı kalmıştır.



Şekil 4.56 Naylon ve RC Filtreler ile Süzülen Konvansiyonel MBR Atıksu Numunelerinde, Mikro-Raman Analizi ile Tespit Edilen Polimer Türleri ve Yüzdelерinin Karşılaştırılması



Şekil 4.57 Naylon ve RC Membran Filtrelerde Tespit Edilen Çeşitli Polimerler ve Partikül Boyutları

Tablo 4.18’de Naylon filtrelerde mikro-Raman ile toplamda 7 mm²’lik bir yüzey alanı (5 x 1,4 mm²) için yapılan tarama sonuçları yer almaktadır. Bölüm 3.6.5’te detaylandırılan yöntem ile tez kapsamında her bir görüş alanındaki yoğunluklar ayrı ayrı değerlendirilmiş; hesaplamalar 5 bölgedeki ortalama değer üzerinden adet/1,4 mm² cinsinden yapılmıştır.

Tablo 4.18 Naylon Membran Filtrelerde Görüş Alanı Başına Mikro-Raman ile Tespit Edilen Ortalama MNP Boyut/Yoğunluk Dağılımı

Numune Alma Noktası	Ortalama* Lokal Görüş Alanı 1,4 mm ²	Boyut Analizi / dNF Önce				MNP* Ortalama Düzeyi 1,4 mm ²
		< 1 µm	1- 5 µm	5- 10 µm	> 10 µm	
		adet	adet	adet	adet	
Şahit (Boş) Filtre	Ortalama	< 0,2***	0,2**	0,2**	< 0,2***	0,4
	%	0	% 50	% 50	0	100 %
Ultra Saf Su	Ortalama	0,2**	0,2**	< 0,2***	0,2**	0,6
	%	% 50	0	0	% 50	% 100
Konvansiyonel AAT Deşarj	Ortalama	10,2±3,49	8,0±3,8	2,0±2,6	< 0,2***	20,2±5,4
	%	% 50,5	% 39,6	% 9,9	0	% 100
İleri (MBR) Evsel AAT Deşarj	Ortalama	7±2,3	1,4±1,1	0,6**	< 0,2***	9,0±2,0
	%	% 77,8	% 15,6	% 6,7	0	% 100

*. Sayım verileri, her biri 1,4 mm² olan beş görüş alanında yapılan mikro-nanoplastik tespitlerinin ortalamasıdır. Toplam taranan alan 7 mm². Görüş alanı başına yoğunluğu daha hassas temsil etmek için adet/1,4 mm² birimi tercih edilmiştir. Dönüşüm: adet/7 mm² = adet/1,4 mm² x 5.

**.. Ortalaması ≥ 0,2 ama <1 adet/1,4 mm² olan değerlerde, düşük sayım nedeniyle standart sapmanın bağlı hatası yüksek olacağından SD hesaplanmamıştır.

***.Uygulamaya dayalı alt raporlama sınırı, 0,2 adet/1,4 mm² olarak tanımlanmıştır. Bu değer altındaki ölçümler “<0,2” şeklinde belirtilmiştir; düşük sayım nedeniyle oluşabilecek belirsizlikler sebebiyle standart sapma (SD) raporlanmamıştır.

Ultra saf su ve boş naylon filtrelerde yapılan analizlerde toplam ortalama MNP düzeyleri düşük seviyelerde (sırasıyla 0,6 ve 0,4 adet/1,4 mm²) olup, bazı boyutları uygulamaya dayalı alt raporlama eşiği altında (<0,2 adet/1,4 mm²) kalmıştır. Bununla birlikte, konvansiyonel evsel AAT çıkışında, 1,4 mm² başına toplam ortalama 20,2± 5,4 adet mikro-nanoplastik (MNP) tespit edilmiş; bu değer, MBR sisteminde 9,0±2,0 adete düşmüştür. Her iki sistemde de <1 µm boyutundaki partiküller en baskın fraksiyonu oluşturmuş (Tablo 4.18).

Bölüm 4.5.3.1, 4.5.3.2 ve 4.5.3.3’te detayları açıklanan RC filtreler ile yapılan çalışmaların sonucunda, dNF öncesi ve sonrası mikro-Raman analizlerinden elde edilen mikro ve nanoplastik partiküllerin boyutları, kimyasal yapıları, HQI değerleri, atıksu tipi, yön (protokol) durumuna göre aşağıdaki Tablo 4.19’da özetlenmiştir.

Tablo 4.19 Farklı Atıksu Tipleri ve Uygulanan Protokoller Sonrasında, dNF Öncesi ve Sonrası Alınan Numunelerde Mikro-Raman Analizleri ile Belirlenen Şüpheli MNP Boyutları, Kimyasal Yapıları ve HQI Değerleri Sunulmuştur.

Şahit/Atıksu Tipi	Yön (Protokol)	dNF Durumu	Filtre Tipi	Boyut (µm)	Kimyasal Yapı	HQI (%)
RC Şahit	-	Boş Şahit	RC	10	Polikarbonat (PC)	47,24
RC Şahit	-	Boş Şahit	RC	50 nm	Polistiren (PS)	38,51
RC Şahit	-	Boş Şahit	RC	1	Pamuk Lifi	50,59
ReaktörX	Yön1	dNF Öncesi	RC	200	Polistiren (PS)	64
ReaktörX	Yön1	dNF Öncesi	RC	10	Polistiren (PS)	66
ReaktörX	Yön1	dNF Öncesi	RC	1	Polistiren (PS)	64
ReaktörX	Yön1	dNF Öncesi	RC	0.5	Polikarbonat (CR)	68
Konvansiyonel	Yön1	dNF Öncesi	RC	1	Poliakrilik Asit (PAA)	57,50
Konvansiyonel	Yön1	dNF Öncesi	RC	1	Poliakrilik Asit (PAA)	55,67
Konvansiyonel	Yön1	dNF Öncesi	RC	10	Poliakrilamid (PA)	50,58
MBR	Yön1	dNF Öncesi	RC	2	Poliviniliden Florür (PVDF)	64,0
MBR	Yön1	dNF Öncesi	RC	10	Poliakrilik Asit (PAA)	61,92
MBR	Yön1	dNF Öncesi	RC	5	Polyester (PET)	40,85
Ultra Saf Su	Yön1	dNF Öncesi	RC	100	Pamuk	78
Ultra Saf Su	Yön1	dNF Öncesi	RC	100	Pamuk	89
Ultra Saf Su	Yön1	dNF Öncesi	RC	50	Kopolimer (PBMA-IBMA)	72
ReaktörX	Yön2	dNF Öncesi	RC	1	Poliakrilik Asit (PAA)	53,91
ReaktörX	Yön2	dNF Öncesi	RC	10	Polistiren (PS)	66,20
ReaktörX	Yön2	dNF Öncesi	RC	250 nm	Polistiren (PS)	62,12
Konvansiyonel	Yön2	dNF Öncesi	RC	1	Polistiren (PS)	53,23
Konvansiyonel	Yön2	dNF Öncesi	RC	10	Polistiren (PS)	77,38
Konvansiyonel	Yön2	dNF Öncesi	RC	25	Polistiren (PS)	86,55
MBR	Yön2	dNF Öncesi	RC	7	Polistiren (PS)	62,30
MBR	Yön2	dNF Öncesi	RC	500 nm	Polyester (PET)	36,51
MBR	Yön2	dNF Öncesi	RC	8	Poliüretan (PU)	56,55
MBR	Yön2	dNF Öncesi	RC	6	Polistiren (PS)	36,51
Konvansiyonel	-	dNF Sonrası	RC	2	Polyester (PET)	42,12
Konvansiyonel	-	dNF Sonrası	RC	5	Polyester (PET)	46,76
Konvansiyonel	-	dNF Sonrası	RC	500 nm	Polyester (PET)	55,77
ReaktörX	-	dNF Sonrası	RC	250 nm	Poliviniliden Florür (PVDF)	46,42
MBR	-	dNF Sonrası	RC	1	Polyester (PET)	40,64
MBR	-	dNF Sonrası	RC	500 nm	Polyester (PET)	45,42

dNF öncesi Yön1 protokolü (ısıtmalı Fenton) kapsamında, ReaktörX ve Konvansiyonel atıksu sistemlerinden elde edilen partiküllerin kimyasal kompozisyonu mikro-Raman analizleri ile

incelenmiştir. Bu sistemlerdeki partiküllerin büyük kısmı polistiren (PS), poliakrilik asit (PAA), poliakrilamid (PA) ve poliviniliden florür (PVDF) olarak tanımlanmıştır (Tablo 4.13). HQI değerleri % 38,5 ile % 78 arasında değişim göstermiştir. Ultra Saf Su örneklerinde ise pamuk lifleri (biyolojik kökenli) tespit edilmiş ve bu partiküllerin HQI değerleri %78-89 aralığında kaydedilmiştir.

Yön2 protokolünde (ısıtmasız Fenton), Konvansiyonel ve MBR sistemlerinden alınan örneklerde polistiren (PS), polyester (PET) ve poliüretan (PU) kökenli partiküller baskın olarak gözlemlenmiştir. HQI değerleri %36,5 ile % 86,5 arasında ölçülmüştür. Konvansiyonel sistemdeki 25 µm boyutundaki PS partikülü, % 86,55 HQI ile en yüksek değeri sergilerken, MBR sistemindeki 500 nm PET partikülü % 36,51 HQI ile en düşük değere sahip olmuştur.

dNF sonrası analizlerde, tüm sistemlerde (ReaktörX, Konvansiyonel, MBR) partikül çeşitliliğinin azaldığı ve kalan partiküllerin büyük çoğunluğunun polyester (PET) ve PVDF kökenli olduğu belirlenmiştir. Bu partiküllerin HQI değerleri % 40,6 ile % 55,8 arasında kaydedilmiştir (Tablo 4.19).

4.5.4 Mikro ve Nanoplastiklerin Boyut ve Yoğunluk Analizi

Laboratuvar ölçekli dNF sistemi öncesi ve sonrası atıksu numunelerinin RC filtrelerle süzülmesinin ardından, Bölüm 3.6.5'te açıklandığı şekilde, her filtrede 5 farklı noktadan ($5 \times 1,4 \text{ mm}^2$) elde edilen ortalama değerlere dayalı olarak mikro-nanoplastik (MNP) boyut aralıkları ve yoğunlukları belirlenmiştir. Bu veriler, yalnızca ilk filtreler üzerinden yapılan birincil ölçümleri temsil eden ana veri setine dayanmaktadır (Tablo 4.20 ve Tablo 4.21). Elde edilen bulgulara göre dNF sisteminin MNP giderim verimi Tablo 4.23'te gösterilmiş olup, ilgili hesaplamalar Bölüm 3.6.5'te açıklanan denklem 3.11 kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Fenton Protokol 1 (Yön1) ve Protokol 2 (Yön2) uygulanmış Reaktör X sentetik atıksu, Konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarj suyu, İleri (MBR) evsel atıksu arıtma tesisi deşarj suyu ve ultra saf su (Yön1) numuneleri, çok katmanlı direkt nanofiltrasyon (dNF) laboratuvar ölçekli sistem öncesinde RC filtreler üzerinde gerçekleştirilen mikro-Raman analizleri sonucunda, toplam 7 mm^2 'lik tarama alanında (5 bölge = $5 \times 1,4 \text{ mm}^2$) incelenen mikro ve nanoplastik partikül yoğunlukları ve boyut dağılımları Bölüm 3.6.5'de belirtildiği şekilde belirlenmiştir.

Boş RC filtre kontrolünde, görüş alanı başına düşen toplam ortalama mikro ve nanoplastik sayısı $2,2 \pm 1,7$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ olarak bulunmuştur. Tespit edilen partiküllerin büyük kısmı 1–5 μm boyut aralığında yoğunlaşmıştır.

Yön1 protokolü uygulanan ReaktörX Sentetik Atıksu örneklerinde, toplam mikro ve nanoplastik yoğunluğu $1.556 \pm 199,9$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ 'ye ulaşmış olup, partiküllerin % 64,3'ü 5–10 μm boyut aralığında bulunmuştur. Bu değer, diğer atıksu kaynaklarına göre en yüksek kümülatif mikro ve nanoplastik yoğunluğunu göstermektedir (Tablo 4.20).

Yön1 Konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarjı numunelerinde, $14,8 \pm 4,02$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ yoğunluk ölçülmüş ve partiküllerin %51,4'ü $<1 \mu\text{m}$ boyut kategorisinde tespit edilmiştir. Yön1 İleri (MBR) sisteminde ise, yoğunluk 5 ± 2 adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ olarak belirlenmiş ve boyutsal dağılımın en yüksek oranının $<1 \mu\text{m}$ kategorisinde (% 40) olduğu kaydedilmiştir (Tablo 4.20).

Ultra Saf Su örneğinde, toplam partikül yoğunluğu oldukça düşük (ortalama 0,8 adet/ $1,4 \text{ mm}^2$) bulunmuş ve partiküllerin yarısı (%50) $>10 \mu\text{m}$ boyutunda tespit edilmiştir (Tablo 4.20).

Yön2 protokolü uygulanan ReaktörX Sentetik Atıksu örneklerinde ise, $2.005,6 \pm 179,99$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ gibi çok yüksek bir mikro ve nanoplastik yoğunluğu belirlenmiş, partiküllerin % 66,0'ı 5–10 μm boyut aralığında tespit edilmiştir (Tablo 4.20).

Yön2 Konvansiyonel atıksu deşarjı numunelerinde $91,8 \pm 13,4$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$, Yön2 MBR sisteminde ise $42,8 \pm 8,6$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ mikro ve nanoplastik partikül bulunmuş olup, bu değerler sırasıyla Konvansiyonel sistemin MBR sistemine göre daha yüksek partikül yoğunluğuna sahip olduğunu göstermiştir. Bununla birlikte, Yön2 MBR numunelerindeki partiküllerin % 70,1'i $<1 \mu\text{m}$ boyutunda yoğunlaştığı tespit edilmiştir (Tablo 4.20).

Tablo 4.20 dNF Öncesi Görüş Alanı Başına Mikro-Raman ile Belirlenen Ortalama MNP Boyut ve Yoğunluk Dağılımı (Birincil Filtre Verileri)

Numune Alma Noktası	Filtre	Ortalama* Görüş Alanı 1,4 mm ²	Boyut Analizi				Mikro- Nanoplastik* Ortalama Düzeyi 1,4 mm ²
			dNF Öncesi				
			< 1 µm	1 - 5 µm	5 - 10 µm	> 10 µm	
			adet	adet	adet	adet	
Boş RC Filtre	RC	Ortalama	0,8**	1,2 ± 1,3	0,2**	< 0,2***	2,2 ±1,78
		%	36,4	54,5	9,1	0	% 100
Yön 1 Reaktör X-Sentetik Atıksu	RC	Ortalama	128,4 ± 45,4	363,6 ± 52,2	1.063 ± 162,5	1 ± 0,7	1556 ±199,9
		%	7,7	22,0	64,3	6,0	% 100
Yön1 Evsel Konvansiyonel AAT Deşarjı	RC	Ortalama	7,6 ± 2,4	5,4 ± 2,07	1,8 ± 1,64	< 0,2***	14,8 ± 4,02
		%	51,4	36,5	12,2	0	% 100
Yön1 İleri (MBR) Evsel AAT Deşarjı	RC	Ortalama	2,0 ± 1,0	1,8 ± 1,78	0,6**	0,6**	5 ±2
		%	40,0	36,0	12,0	12,0	% 100
Yön1 Ultra Saf Su	RC	Ortalama	0,2**	0,2**	< 0,2***	0,4**	0,8
		%	25%	25%	0	50%	% 100
Yön 2 Reaktör X-Sentetik Atıksu	RC	Ortalama	160 ± 24	522 ± 44	1.323 ± 152	< 0,2***	2005± 179,99
		%	8,0	26,0	66,0	0	% 100
Yön 2 Evsel Konvansiyonel AAT Deşarjı	RC	Ortalama	23,8 ± 8,1	49,6 ± 12,2	17 ± 5,9	1,4 ± 1,1	91,8 ±13,4
		%	25,9	54	18,5	1,5	% 100
Yön 2 İleri (MBR) Evsel AAT Deşarjı	RC	Ortalama	30 ± 6,3	11,8 ± 3,2	0,8**	0,2**	42,8 ±8,6
		%	70,1	27,6	1,9	1	% 100

*.Sayım verileri, her biri 1,4 mm² olan beş görüş alanında yapılan mikro-nanoplastik tespitlerinin ortalamasıdır. Toplam taranan alan 7 mm². Görüş alanı başına yoğunluğu daha hassas temsil etmek için adet/1,4 mm² birimi tercih edilmiştir. Dönüşüm: adet/7 mm² = adet/1,4 mm² x 5.

**Ortalaması ≥ 0,2 ama <1 adet/1,4 mm² olan değerlerde, düşük sayım nedeniyle standart sapmanın bağlı hatası yüksek olacağından SD hesaplanmamıştır.

***. Uygulamaya dayalı alt raporlama sınırı, 0,2 adet/1,4 mm² olarak tanımlanmıştır. Bu değer altındaki ölçümler “<0,2” şeklinde belirtilmiş; düşük sayım nedeniyle oluşabilecek belirsizlikler sebebiyle standart sapma (SD) raporlanmamıştır.

Sonuç olarak, dNF öncesi analizlerde ReaktörX Sentetik Atıksu örneklerinde en yüksek mikro-nanoplastik yoğunluğu gözlemlenirken, evsel atıksu deşarjlarında ve MBR çıkışlarında daha düşük yoğunluklar tespit edilmiştir. Boyut dağılımları incelendiğinde, genel olarak 5–10 µm aralığındaki partiküller çoğunlukta olmakla birlikte, Yön2 MBR gibi bazı örneklerde <1 µm partiküllerin baskınlığı dikkat çekmiştir. Mikro-Raman analizlerinde, ısıtmalı protokol (Yön1) uygulanan numunelerde ısıtmasız protokole (Yön2) göre daha düşük mikro ve nanoplastik yoğunlukları tespit edilmiştir. Ayrıca, Yön1 protokolü uygulanan numunelerde dip kısmında daha fazla çökelti olduğu gözlenmiştir (Şekil 4.34). Yön2 protokolünde ise belirgin bir çökelti oluşumu kaydedilmemiştir (Şekil 4.35). Bu nedenle, dNF arıtım etkinliklerinin değerlendirilmesinde daha doğru sonuçların elde edilebilmesi amacıyla, ısıtmasız protokol (Yön2) uygulanan numunelerin 0,2 µm por açıklığına sahip rejenere selüloz (RC) membran filtreden süzülmesi sonrası, filtre üzerinde kalan mikro-nanoplastikler esas alınmıştır (Tablo 4.20).

dNF sistemi sonrasında RC filtreler üzerinde gerçekleştirilen mikro-Raman analizleri sonucunda, ReaktörX sentetik atıksu numunelerinde yalnızca $<1 \mu\text{m}$ boyut aralığında ortalama 0,40 adet/1,4 mm² mikro ve nanoplastik partikül tespit edilmiştir. Evsel konvansiyonel atıksu arıtma tesisi deşarjı numunelerinde ise $<1 \mu\text{m}$, 1–5 μm ve 5–10 μm boyut aralıklarında sırasıyla ortalama 0,4; 0,2 ve 0,2 adet/1,4 mm² partikül bulunmuştur. İleri (MBR) evsel atıksu arıtma tesisi deşarjı numunelerinde $<1 \mu\text{m}$ ve 1–5 μm boyut aralıklarında eşit olarak ortalama 0,2 adet/1,4 mm² partikül belirlenmiştir. Ultra saf su numunesinde ise hiçbir boyut aralığında mikro-nanoplastik partikülü tespit edilmemiştir (alt raporlama eşiği $< 0,2$ adet/1,4 mm²; Tablo 4.21).

Tablo 4.21 dNF Sonrası Mikro-Raman Analizi ile Ortalama MNP Yoğunluğu (adet/1,4 mm²) ve Boyut Dağılımı (Birincil Filtre Verileri)

Numune Alma Noktası	Ortalama* Görüş Alanı 1,4 mm ²	Boyut Analizi dNF sonrası				Mikro-Nanoplastik* Ortalama Düzeyi 1,4 mm ²
		$< 1 \mu\text{m}$ adet	1 - 5 μm adet	5 - 10 μm adet	$> 10 \mu\text{m}$ adet	
Reaktör X-Sentetik Atıksu	Ortalama	0,4**	$< 0,2^{***}$	$< 0,2^{***}$	$< 0,2^{***}$	0,4
	%	100,0	0	0	0	% 100
Evsel Konvansiyonel AAT Deşarjı	Ortalama	0,4**	0,2**	0,2**	$< 0,2^{***}$	0,8
	%	50	25	25	0	% 100
İleri (MBR) Evsel AAT Tesisi Deşarjı	Ortalama	0,2**	0,2**	$< 0,2^{***}$	$< 0,2^{***}$	0,4
	%	50	50	0	0	% 100
Ultra Saf Su	Ortalama	$< 0,2^{***}$	$< 0,2^{***}$	$< 0,2^{***}$	$< 0,2^{***}$	0
	%	0	0	0	0	% 100

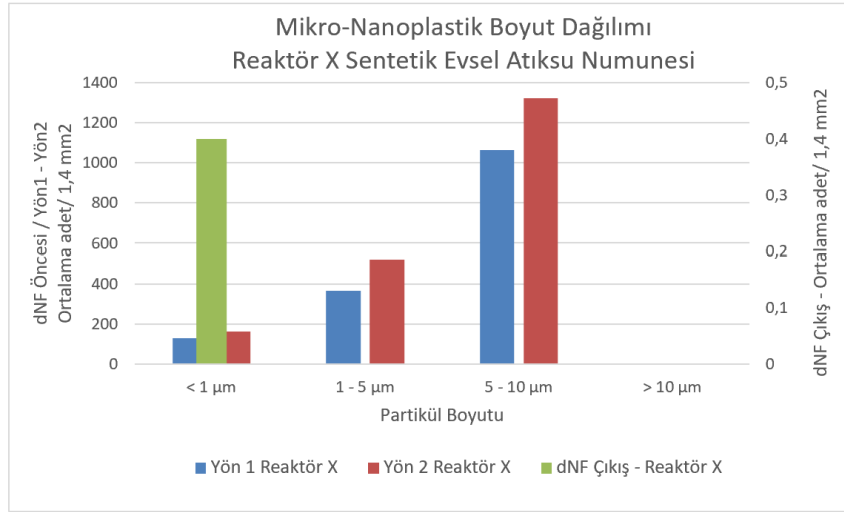
*. Sayım verileri, her biri 1,4 mm² olan beş görüş alanında yapılan mikro-nanoplastik tespitlerinin ortalamasıdır. Toplam taranan alan 7 mm². Görüş alanı başına yoğunluğu daha hassas temsil etmek için adet/1,4 mm² birimi tercih edilmiştir. Dönüşüm: adet/7 mm² = adet/1,4 mm² x 5.

** .Ortalaması $\geq 0,2$ ama < 1 adet/1,4 mm² olan değerlerde, düşük sayım nedeniyle standart sapmanın bağıl hatası yüksek olacağından SD hesaplanmamıştır.

***. Minimum tespit sınırı (LOD)= 0,2 adet / 1,4 mm² olarak tanımlanmıştır. Bu değerin altı $< LOD$ olarak gösterilmiştir. Söz konusu değerler tespit limitinin altında olduğundan, standart sapma (SD) hesaplanmamıştır.

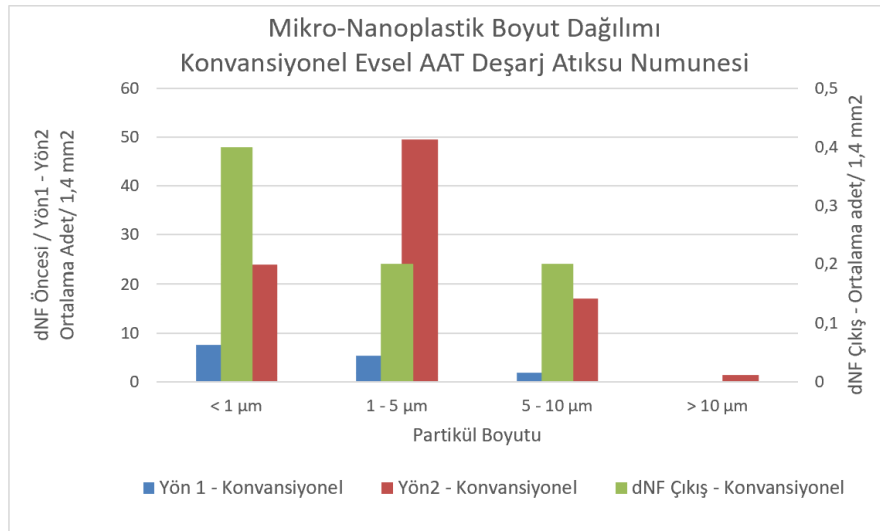
Fenton Yön1 ve Yön2 protokolleri uygulanmış dNF öncesi sentetik (ReaktörX) ve gerçek atıksu (Konvansiyonel ve MBR) numuneleri ile dNF sonrası ortalama mikro-nanoplastik (adet/1,4 mm²) boyut dağılımları aşağıdaki Şekil 4.58, 4.59 ve 4.60’da sunulmuştur.

Fenton Yön1 ve Yön 2 protokolleri uygulanan ReaktörX sentetik atıksu örneklerinde, dNF öncesi en yüksek partikül yoğunluğu 5–10 μm boyut aralığında tespit edilmiştir. Yön 2 protokolü, Yön 1’e kıyasla daha yüksek toplam partikül düzeyi ile öne çıkmıştır. dNF çıkışında ise sadece $<1 \mu\text{m}$ boyutunda sınırlı miktarda nanoplastik gözlenmiş, 1-5 μm , 5-10 μm ve $>10 \mu\text{m}$ mikropplastikler tespit edilmemiş, uygulamaya dayalı alt raporlama eşiği altında kalmıştır (alt raporlama eşiği $< 0,2$ adet/1,4 mm²; Şekil 4.58).



Şekil 4.58 ReaktörX Sentetik Atıksu Örneklerinde MNP Dağılımı (Yön1, Yön2 ve dNF Çıkışı)

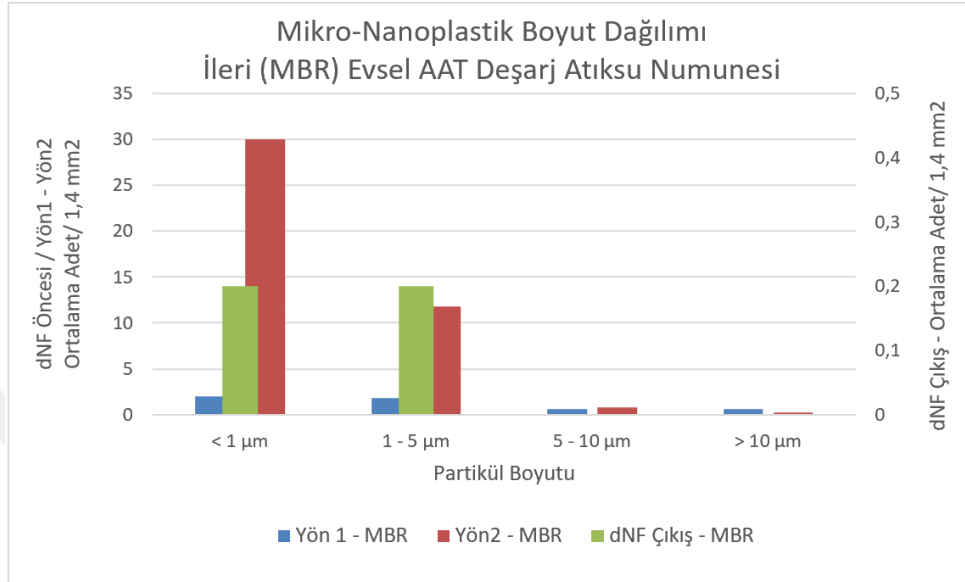
Konvansiyonel sistemlerde Yön 2 protokolü ile belirlenen mikro-nanoplastik yoğunlukları, Yön1'e kıyasla daha yüksektir. En yoğun dağılım Yön 2 örneklerinde 1–5 µm aralığında, Yön1 örneklerinde ise <1 µm aralığında saptanmıştır. dNF sistemi sonrası > 10 µm (alt raporlama eşiği <0,2 adet/1,4 mm²) boyutu gözlenmemekle birlikte, diğer boyut aralıklarında MNP düzeyleri 0,4 adet/1,4 mm²' nin altında kalmıştır (Şekil 4.59).



Şekil 4.59 Konvansiyonel Atıksu Örneklerinde MNP Dağılımı (Yön1, Yön2 ve dNF Çıkışı)

MBR (İleri arıtım) sistemlerinde Yön 2 protokolü ile belirlenen mikro-nanoplastik yoğunlukları <1 µm, 1-5 µm ve 5-10 µm boyutlar için Yön1'e kıyasla daha yüksektir. Yön1 protokolü ile belirlenen değerler ise oldukça düşüktür. dNF çıkışı sonrası yalnızca <1 µm ve 1–

5 µm boyut aralıklarında eşit miktarda (~0,2 adet/1,4 mm²) MNP tespit edilmiş (Yön 1); diğer aralıklarda partikül gözlenmemiştir (alt raporlama eşiği <0,2 adet/1,4 mm², Şekil 4.60).



Şekil 4.60 MBR (İleri Arıtım) Atıksu Örneklerinde MNP Dağılımı (Yön1, Yön2 ve dNF Çıkışı)

Laboratuvar ölçekli çok katmanlı doğrudan nanofiltrasyon (dNF) sistemi sonrasında, mikro-Raman analizleri ile ReaktörX sentetik atıksu, konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisi deşarjı ve ileri (MBR) evsel atıksu arıtma tesisi deşarjı numunelerinde mikro ve nanoplastik partikül giderim verimleri Tablo 4.22’de gösterilmektedir. ReaktörX sentetik atıksu numunesinde dNF işlemi sonrası toplam mikro ve nanoplastik konsantrasyonu ortalama 0,40 adet/1,4 mm²’ye düşürerek % 99,980 giderim verimi hesaplanmıştır. Tüm boyut aralıklarında (%100) tam giderim sağlanmış, yalnızca <1 µm boyutunda ortalama 0,40 adet/1,4 mm² seviyesinde kalıntı partikül tespit edilmiştir.

Evsel konvansiyonel atıksu arıtma tesisi deşarjında toplam giderim oranı % 99,129 olarak belirlenmiş, <1 µm boyutundaki partiküllerde % 98,319, 1–5 µm boyutundaki partiküllerde %99,597 ve 5–10 µm boyutundaki partiküllerde % 98,824 oranında giderim sağlanmıştır. İleri (MBR) sisteminden elde edilen deşarj suyunda ise toplam giderim oranı % 99,065 olarak bulunmuş, 1–5 µm boyutundaki partiküllerde giderim verimi % 98,305, <1 µm partiküllerde ise % 99,333 olarak ölçülmüştür (Tablo 4.22).

Tüm sistemlerde, >5 µm boyutundaki mikropplastiklerin tamamının dNF sistemi çıkışında tespit edilmediği (alt raporlama eşiği <0,2 adet/1,4 mm²) gözlemlenmiştir. Ultra saf su numunelerinde

ise dNF sonrası hiçbir partikül tespit edilmemiştir (alt raporlama eşiği $<0,2$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$) (Tablo 4.22).

Tablo 4.22 dNF Öncesi ve Sonrası Mikro-Nanoplastik Ortalama Giderim Verimi % (Birincil Filtre Verileri)

Numune Alma Noktası	Boyut	dNF öncesi* MNP ortalama yoğunluğu adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ (Yön2 Numuneleri)	dNF sonrası* MNP ortalama yoğunluğu adet/ $1,4 \text{ mm}^2$	Giderim%****
Reaktör X- Sentetik Atıksu	$< 1 \mu\text{m}$	160 ± 24	$0,4^{**}$	99,749%
	$1 - 5 \mu\text{m}$	522 ± 44	$< 0,2^{***}$	$\approx 100,000\%$
	$5 - 10 \mu\text{m}$	1.323 ± 152	$< 0,2^{***}$	$\approx 100,000\%$
	$> 10 \mu\text{m}$	$0,8^{**}$	$< 0,2^{***}$	$\approx 100,000\%$
	Toplam	$2005,6 \pm 179,99$	0,4	99,980%
Evsel Konvansiyonel AAT Deşarjı	$< 1 \mu\text{m}$	$23,8 \pm 8,1$	$0,4^{**}$	98,319%
	$1 - 5 \mu\text{m}$	$49,6 \pm 12,2$	$0,2^{**}$	99,597%
	$5 - 10 \mu\text{m}$	$17 \pm 5,9$	$0,2^{**}$	98,824%
	$> 10 \mu\text{m}$	$1,4 \pm 1,1$	$< 0,2^{***}$	$\approx 100,000\%$
	Toplam	$91,8 \pm 13,4$	0,8	99,129%
İleri (MBR) Evsel AAT Deşarjı	$< 1 \mu\text{m}$	$30 \pm 6,3$	$0,2^{**}$	99,333%
	$1 - 5 \mu\text{m}$	$11,8 \pm 3,2$	$0,2^{**}$	98,305%
	$5 - 10 \mu\text{m}$	$0,8^{**}$	$< 0,2^{***}$	$\approx 100,000\%$
	$> 10 \mu\text{m}$	$0,2^{**}$	$< 0,2^{***}$	$\approx 100,000\%$
	Toplam	$42,8 \pm 8,6$	0,4	99,065%

*. Sayım verileri, her biri $1,4 \text{ mm}^2$ olan beş görüş alanında yapılan mikro-nanoplastik tespitlerinin ortalamasıdır. Toplam taranan alan 7 mm^2 . Görüş alanı başına yoğunluğu daha hassas temsil etmek için adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ birimi tercih edilmiştir. Dönüşüm: adet/ 7 mm^2 = adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ x 5.

**.Ortalama $\geq 0,2$ ama <1 adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ olan değerlerde, düşük sayım nedeniyle standart sapmanın bağlı hatası yüksek olacağından SD hesaplanmamıştır.

***. Uygulamaya dayalı alt raporlama sınırı, $0,2$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ olarak tanımlanmıştır. Bu değer altındaki ölçümler “ $<0,2$ ” şeklinde belirtilmiştir; düşük sayım nedeniyle oluşabilecek belirsizlikler sebebiyle standart sapma (SD) raporlanmamıştır.

****. Giderim yüzdeleri, ortalama değerler üzerinden hesaplanmıştır. ≈ 100 : raporlama sınırı ($<0,2$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$) altındaki partikül yoğunluğuna dayalı olarak raporlanmıştır.

4.5.4.1 İstatistiksel Analizler

Reaktör X sentetik atıksu numunesindeki $<1 \mu\text{m}$ boyutundaki nanoplastik yoğunlukları, dNF öncesi (giriş) ve sonrası (çıkış) arasında bağımsız örneklem Welch t-testi ile karşılaştırılmıştır. Normallik varsayımı sağlandığı (Shapiro-Wilk, $p>0,05$) ancak varyans homojenliği sağlanamadığı (Levene testi, $p<0,05$) için Welch düzeltilmiş t-testi kullanılmıştır. $<1 \mu\text{m}$ grubunda istatistiksel olarak anlamlı bir azalma tespit edilmiştir ($t(9,2) = 21,03$, $p<0,001$). $1-5 \mu\text{m}$, $5-10 \mu\text{m}$ ve $>10 \mu\text{m}$ boyut gruplarında ise değerler çıkışta uygulamaya dayalı raporlama eşiği altında kalmıştır ($<0,2$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$). Bu gruplarda normallik (Shapiro-Wilk, $p<0,05$) ve varyans homojenliği (Levene, $p<0,05$) varsayımları ihlal edildiğinden, parametrik olmayan

Mann-Whitney U testi kullanılmış ve giriş-çıkış arasındaki fark anlamlı bulunmuştur ($p < 0,001$).

Konvansiyonel evsel atıksu numunesindeki $<1 \mu\text{m}$, $1-5 \mu\text{m}$ ve $5-10 \mu\text{m}$ boyut grupları için Welch t-testi uygulanmıştır. Normallik ($p > 0,05$) ve varyans homojenliği ($p < 0,05$) testleri sonucunda, $<1 \mu\text{m}$ grubunda istatistiksel olarak anlamlı azalma ($t(13,5) = 7,82$, $p < 0,001$), $1-5 \mu\text{m}$ grubunda ($t(15,1) = 12,95$, $p < 0,001$), $5-10 \mu\text{m}$ grubunda ($t(14,8) = 9,45$, $p < 0,001$) sonuçları elde edilmiştir. $>10 \mu\text{m}$ grubunda değerler çıkışta uygulamaya dayalı raporlama eşiği altında kalmıştır ($<0,2$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$). Normallik ve varyans homojenliği ihlalleri nedeniyle Mann-Whitney U testi ile anlamlılık doğrulanmıştır ($p < 0,001$).

İleri (MBR) evsel atıksu numunesinde $<1 \mu\text{m}$ ve $1-5 \mu\text{m}$ boyut grupları için Welch t-testi (normallik: $p > 0,05$; varyans homojenliği: $p < 0,05$) sonuçları $<1 \mu\text{m}$ için $t(12,7) = 14,21$, $p < 0,001$ ve $1-5 \mu\text{m}$ için $t(11,9) = 10,89$, $p < 0,001$ olarak hesaplanmıştır. $5-10 \mu\text{m}$ ve $>10 \mu\text{m}$ gruplarında çıkış değerleri uygulamaya dayalı raporlama eşiği altında kalmıştır ($<0,2$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$) ve parametrik olmayan Mann-Whitney U testi ile anlamlı fark tespit edilmiştir ($p < 0,001$).

Tüm analizlerde, dNF çıkışındaki mikro-nanoplastik düzeyinin girişe kıyasla istatistiksel olarak anlamlı düzeyde azaldığı ($p < 0,001$) ve $>5 \mu\text{m}$ partiküllerin tamamen giderildiği doğrulanmıştır.

5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Mikro ve nanoplastiklerin su ekosistemlerindeki varlığı, çevresel riskleri ve insan sağlığı üzerindeki potansiyel etkileri nedeniyle giderek daha acil bir araştırma konusu haline gelmiştir. Bu çalışmada, evsel atıksulardaki mikro ve nanoplastiklerin ve bunlara tutunan bakterilerin gideriminde klasik yöntemlerin küçük boyutlu ($<10 \mu\text{m}$) mikroplastikleri ve ($<1 \mu\text{m}$) nanoplastiklerin tespit ve giderimindeki sınırlılıklarını aşmak amacıyla, çok katmanlı direkt nanofiltrasyon (dNF) membran teknolojisinin performansını laboratuvar ölçeğinde değerlendirilmiş ve mikroplastik-bakteri etkileşimleri organik madde dinamikleriyle ilişkilendirilerek incelenmiştir.

Çalışmamızın yöntem bölümünde de açıklandığı üzere, laboratuvar ölçekli çok katmanlı direkt nanofiltrasyon (dNF) pilot sisteminin öncesi (giriş) ve sonrasında (çıkışında) bakteriyolojik analizler gerçekleştirilmiştir. Bu kapsamda, sistemin heterotrofik aerobik bakteri (HAB) giderim performansının yanı sıra, hem sentetik atıksuya kontrollü koşullarda aşılana (10^8 KOB/100 ml) *Escherichia coli* (*E. coli*) hem de gerçek evsel atıksu arıtma tesisi (AAT) deşarjında doğal olarak bulunması beklenen *E. coli* üzerindeki giderim verimliliği kapsamlı şekilde değerlendirilmiştir. Süreç içinde, Endo agar üzerinde şüpheli olarak değerlendirilen izolatların *E. coli* olarak doğrulanması için, yanlış pozitiflik riskini minimize etmek amacıyla EC Broth, İndol ve Metil Kırmızısı (MR) testleri kombinasyonu uygulanmıştır (APHA, 2017). EC Broth'ta tüm şüpheli izolatlarda (%100) gaz ve bulanıklık gözlemlenmesi, bu besiyerinin *E. coli* tanımlamasındaki yüksek ön seçiciliğini desteklemiştir. güvenilirliğini desteklemiştir (APHA, 2017). İndol ve MR testlerinin her ikisini de pozitif sonuç veren izolatlar, EC Broth pozitifliği ile birlikte değerlendirilerek *E. coli* varlığı kesinleştirilmiştir. Bu kombinasyonel yaklaşım sonucunda, Endo agar üzerindeki şüpheli kolonilerin %88.9'unun (9 izolattan 8'i) *E. coli* olduğu biyokimyasal olarak doğrulanmıştır (APHA, 2017; MacFaddin, 2000).

Sonuç olarak, HAB tabanlı genel değerlendirme ile *E. coli* odaklı spesifik analiz, dNF sisteminin hem genel mikrobiyal yük azaltımını hem de hedef patojen giderim kapasitesini ortaya koymuştur. Bu hibrit strateji, membran performansının çok yönlü analizi için literatürde önerilen metodolojilerle tutarlıdır. Örneğin, APHA standartları, su kalitesi değerlendirmelerinde hem genel heterotrofik bakteri düzeyinin hem de *E. coli* gibi fekal indikatörlerin paralel izlenmesini önermektedir (APHA, 2017). Benzer şekilde, membran filtre

sistemlerinin performansının bu ikili parametreyle değerlendirilmesi, Avrupa Birliği Su Çerçeve Direktifi (2000/60/EC)'nde de vurgulanan bir gerekliliktir (European Union, 2000)

Sentetik evsel atıksu ve gerçek atıksu numuneleri üzerinde yürütülen çalışmada, dNF laboratuvar sisteminde kullanılan dNF40 membran modülü ile 10 µm'den küçük mikroplastiklerde ve nanoplastiklerde > % 99 giderim verimi sağlandığı ayrıca serbest ve mikroplastiklere tutunan bakterilerin membran gözeneklerinden geçişinin etkin şekilde engellendiği gösterilmiştir. Bununla birlikte, mikroplastik yüzeyine tutunan *E. coli* ve toplam heterotrofik aerobik bakteri (HAB) düzeylerinin, atıksuda serbest yaşayan bakterilere göre daha yüksek olduğu ve düşük organik içerikli atık su ortamında bakteriyel tutunma eğiliminin arttığı tespit edilmiştir. Bu bulgular, mikroplastiklerin patojenler için bir "taşıyıcı" rol üstlenerek su kalitesi üzerinde risk oluşturabileceğini ortaya koymaktadır.

Çalışmamızın ilk aşamasında, Reaktör (1L) ve Reaktör X (15L) sentetik atıksu sistemlerinde, mikroplastik partiküllerine bağlı ve serbest fazdaki *E. coli* ile toplam heterotrofik aerobik bakteri gelişimleri dört hafta boyunca izlenmiştir. Bulgular, bakteriyel dinamiklerin zamana bağlı olarak belirgin üç evrede (artış, plato, azalış) ilerlediğini ve bu sürecin serbest bakterilerde mikroplastiklere bağlı olanlara kıyasla daha hızlı gerçekleştiğini ortaya koymuştur.

Başlangıç evresinde, serbest *E. coli* ve HAB seviyeleri, ortamdaki organik besin varlığına bağlı olarak hızla artış göstermiştir (H0-H1). Ancak, üçüncü haftadan (H3) itibaren serbest bakterilerde gözlenen belirgin düşüş, besin tükenmesi ve mikrobiyal rekabetin artmasıyla ilişkilendirilebilir (Weislo ve Chróst, 2000). Bu dinamik, doğal tatlı su ekosistemlerindeki bakteriyel azalış modelleriyle örtüşmektedir. Ancak, mikroplastik yüzeylerine bağlı bakteriyel topluluklar bu genel eğilimin dışında kalmıştır.

Her iki reaktörde de mikroplastik partiküllerine tutunan *E. coli* ve HAB düzeyleri, serbest fazdaki değerleri önemli ölçüde derecede aşmıştır. Örneğin, Reaktör X (15L) sisteminde mikroplastiklere bağlı HAB yoğunluğu, 2. günde ortalama $2.2 \pm 0.2 \times 10^8$ KOB/100 ml iken, 16. günde $5.5 \pm 0.4 \times 10^{10}$ KOB/100 ml'ye ulaşarak ≈ 250 kat artış göstermiştir (Tablo 4.3). Bu artış, birim mikroplastik başına düşen bakteri düzeyinin (KOB/adet MP) 16. günde $\sim 1.4 \times 10^6$ KOB/adet MP'ye ulaştığını ortaya koymaktadır. Bu durum, mikroplastik yüzeylerinin biyofilm kolonizasyonu için bir habitat sağladığını göstermektedir. 1 L ve 15 L hacimli sentetik atıksularda gösterdiğimiz bu durum, doğal koşullarda bakterileri çevresel stres faktörlerinden

korundukları ekzopolisakkarit bazlı matrisler veya quorum sensing mekanizmalarıyla ilişkilendirilmiştir (Alimi ve diğ., 2018; Rodrigues ve diğ., 2019). Zettler ve diğ. (2013), bu tür yapıları “plastisfer” olarak tanımlamış ve mikroplastiklerin mikrobiyal taşınımındaki rolüne dikkat çekmiştir.

Mikroplastiklere bağlı biyofilmlerin patojen taşınım potansiyeli özellikle dikkat çekicidir. Reaktör X’de, mikroplastiklere bağlı *E. coli* konsantrasyonu 2. haftada $1.2 \pm 0.5 \times 10^{10}$ KOB/100 ml’ye ulaşmış ve birim partikül başına 3.1×10^5 KOB/adet MP olarak hesaplanmıştır. Bu değer, kontrol grubunun aynı haftadaki serbest *E. coli* seviyesinden ($7.9 \pm 0.3 \times 10^6$ KOB/ml $\approx 7.9 \times 10^8$ KOB/100ml) ~ 15 kat daha yüksek bulunmuştur. Mikroplastik başına bu yüksek bakteri yoğunluğu, patojenlerin sucul sistemlerde uzun mesafeli taşınımını kolaylaştırabileceğini ve Kesey ve diğ. (2016) tarafından öne sürülen “biyotaşıma” riskini desteklediğini göstermektedir.

Reaktörlerin (1L ve 15L) hacim ve biyofilm stabilitesi arasındaki ilişkileri incelendiğinde hem serbest hem de MP bağlı bakterilerde anlamlı fark bulunmamıştır ($p > 0.05$). Bu durum, şu faktörlerle ilişkili olabilir: i) her iki reaktörde de MP partikül sayısı ve yüzey alanı, hacimle orantılı olarak artırılmıştır (38.300 MP/100 ml sabit tutulmuş). Bu, bakteri tutunma yüzeyinin hacimle ölçeklendiğini gösterir, ii) reaktörlerdeki karıştırma ve havalandırma koşulları optimize edilerek, besin ve oksijen dağılımı hacimden bağımsız hale getirilmiştir, iii) sıcaklık, pH ve çözülmüş oksijen gibi parametreler her iki reaktörde eşitlenmiş olduğundan, hacim farkı bakteriyel gelişimi etkilememiştir. Celis ve diğ. (2022) çalışmalarında reaktörlerin ölçeğinden veya fiziksel yapısından ziyade, topluluk yapısının ve ardıllığının mevsimsel sıcaklık gibi çevresel faktörlerle şekillendiği belirtmişlerdir. Bu bulgular çalışmamızı desteklemektedir.

Çalışmanın özgün katkısı, farklı reaktör hacimlerinin mikroplastik yüzeylerinde uzun vadeli bakteri kolonizasyonu potansiyelini sistematik olarak incelemiş olmasıdır. Ancak, laboratuvar koşullarının gerçek çevresel dinamiklerden (örn., türbülans, sıcaklık dalgalanmaları) farklı olduğu unutulmamalıdır. Ayrıca, biyofilm direncinin altında yatan moleküler mekanizmalar (genetik çalışmalar) bu çalışmanın kapsamı dışında kalmıştır ve ileri araştırmalar için önerilmektedir.

Tez kapsamındaki ilk çalışmamızdan elde edilen veriler, mikroplastiklerin yalnızca fiziksel kirleticiler değil, aynı zamanda mikrobiyal taşınım ve patojenlerin uzun süre canlı kalması ile

ilgili kritik biyolojik arayüzler olduğunu göstermektedir. Bu bulgular, Yan ve diğ. (2024) tarafından rapor edilen mikroplastik-bakteri etkileşimleriyle uyumlu olup, çevresel su kalitesi izleme protokollerine mikroplastik-biyofilm etkileşimlerinin eklenmesi gerektiğini vurgulamaktadır. Ayrıca, bu kapsamda arıtma teknolojilerinin geliştirilmesi, halk sağlığı risklerinin azaltılmasında kilit rol oynayabilir.

Çalışmamızın devamında, yüksek (YOİ: 172–65 mg KOİ/L) ve düşük (DOİ: 30–4 mg KOİ/L) organik içerikli sentetik atıksu sistemlerinde, serbest ve mikroplastığa bağlı *E. coli* ile toplam heterotrofik aerobik bakteri düzeylerinin 30 gün içindeki değişimi haftalık olarak izlenmiştir. Amaç, zamana bağlı olarak atıksudaki ve mikroplastik yüzeyindeki bakteriyel gelişim sürecini değerlendirmek ve organik madde varlığının bu sürece etkisini ortaya koymaktır. Bulgular, mikroplastiklerin (MP) bakterilerin ortamda daha uzun süre canlı kalmasını desteklediğini ve atıksu yönetiminde MP odaklı stratejilerin önemini ortaya koymaktadır.

YOİ sistemlerinde yüksek KOİ içeriği ve başlangıçta inoküle edilen 10^8 KOB/100 ml *E. coli* düzeyi sayesinde, serbest fazda hızlı mikrobiyal çoğalma gözlenmiştir. 16. günde ulaşılan $1,1 \pm 0,2 \times 10^8$ KOB/ml düzeyi, bu sistemin *E. coli* çoğalması için oldukça uygun bir ortam sunduğunu göstermektedir. Benzer şekilde, serbest HAB konsantrasyonları 2. günde $1,9 \pm 0,3 \times 10^6$ KOB/ml'den 16. günde $3,0 \pm 0,3 \times 10^8$ KOB/ml'ye yükselmiştir (Tablo 4.4, Tablo 4.5). Bu durum, organik madde bolluğunun (172–65 mg KOİ/L) mikrobiyal büyümeyi tetiklediğini doğrulamaktadır (Romera-Castillo ve diğ., 2018). Ancak 30. günde hem *E. coli* hem de HAB miktarındaki azalma (*E. coli*: $6,3 \pm 1,3 \times 10^5$ KOB/ml; HAB: $2,0 \pm 0,4 \times 10^6$ KOB/ml) gözlenmesi ile, kontrol grubunda da benzer bir azalış eğilimi olması (30. günde *E. coli* $3,2 \pm 0,6 \times 10^5$ KOB/ml, HAB için ise $1,9 \pm 0,4 \times 10^6$ KOB/ml), organik madde tükenmesinin mikrobiyal gelişim kapasitesini sınırladığını desteklemektedir (Wcisło ve Chróst, 2000).

DOİ sisteminde ise serbest fazdaki bakteriyel düzeylerin zamanla daha durağan bir profil izlemesi ve serbest *E. coli* ve HAB konsantrasyonlarında daha erken düşüşler gözlemlenmesi organik madde sınırlamasının bakteriyel gelişimi kısıtladığını göstermiştir (Yan ve diğ., 2024). Özellikle serbest *E. coli* seviyesi 16. günde $6,5 \pm 1,1 \times 10^5$ KOB/ml'ye ulaşmasına rağmen, 30. gün sonunda $7,9 \pm 1,2 \times 10^4$ KOB/ml'ye düşmüştür. Aynı şekilde, serbest HAB düzeyleri de YOİ ortamına göre daha düşük seyretmiştir (16. günde $6,8 \pm 1,4 \times 10^7$ KOB/ml'ye ulaşmış; 30. günde $3,9 \pm 0,8 \times 10^5$ KOB/ml'ye düşmüştür). Kontrol sistemlerinde serbest formadaki bakteriyel

azalma daha belirgin bulunmuştur (30. günde *E. coli* $5,2 \pm 2,1 \times 10^4$ KOB/ml, HAB ise $3,3 \pm 0,7 \times 10^5$ KOB/ml ye kadar gerilemesi, karbon kaynağının bakteriyel sürdürülebilirlik için sınırlayıcı bir faktör olduğunu ortaya koymaktadır (Wcislo ve Chróst, 2000; Sharma ve diğ., 2020,

Bu sonuçların yanı sıra, mikroplastiklerin (MP) *E. coli* ve toplam heterotrofik aerobik bakteri (HAB) kolonizasyonu üzerindeki etkileri, yüksek organik içerikli (YOİ) ve düşük organik içerikli (DOİ) sistemlerde belirgin farklılıklar göstermiştir. YOİ sistemlerde, 2. haftada (16. gün) MP yüzeyine tutunan *E. coli* düzeyleri, kontrol grubuna kıyasla yaklaşık $2,3 \pm 0,2 \times 10^{10}$ KOB/100 ml daha yüksek bulunmuştur. Aynı örnekleme gününde, MP partiküllerine bağlı *E. coli* $\approx 2,5 \times 10^7$ KOB/adet MP seviyesinde hesaplanmıştır. Bu artış, yüksek organik madde düzeyinin biyofilm gelişimini desteklemesi ve mikroorganizmalar için uygun bir besin ortamı sunmasıyla ilişkilendirilmektedir. Benzer şekilde, YOİ koşullarında HAB konsantrasyonu MP içeren grupta $6,3 \pm 0,4 \times 10^{10}$ KOB/100 ml ($\approx 3,6 \times 10^7$ KOB/adet MP) olarak ölçülmüş ve kontrol grubuna ait değerden ($4,1 \pm 0,6 \times 10^{10}$ KOB/100 ml) daha yüksek bulunmuştur. Bu sonuçlar, organik zenginliğin MP yüzeylerinde *E. coli* hem de HAB çoğalmasını sinerjik olarak desteklediğini ortaya koymaktadır.

Kontrol gruplarında mikroplastik bulunmamasına rağmen filtre yüzeyinde tespit edilen *E. coli* ve HAB düzeyleri (Tablo 4.6 ve Tablo 4.7), deneysel gruplarla karşılaştırma yapılması açısından kritik öneme sahiptir. Bu gruplarda, mikroplastik yüzeyinin eksikliği nedeniyle bakteriyel kolonizasyon yerine geçici tutunma gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Özellikle düşük organik içerikli (DOİ) kontrol grubunda 30. günde ölçülen düşük bakteri seviyeleri, yeterli besin kaynağı ve tutunma yüzeyi olmadığında bakterilerin ortamdan hızla uzaklaştığını ortaya koymaktadır. Bu bulgu, mikroplastiklerin bakteriler için taşıyıcı yüzey işlevi görerek kalıcılığı artırdığı hipotezini desteklemektedir.

DOİ sistemleri incelendiğinde ise, düşük organik içerik nedeniyle hem pik değerlerin daha sınırlı olduğu hem de bakteri popülasyonunun daha hızlı düştüğü görülmüştür. Özellikle DOİ kontrol grubunda (filtrelenmiş) 30. günde ölçülen serbest HAB düzeyi ($5,1 \pm 1,6 \times 10^7$ KOB/100ml), bakterilerin düşük organik içerikli ortamlarda sınırlı çoğalma gösterdiğini ortaya koymaktadır. Buna karşılık, MP içeren DOİ sisteminde aynı gün ölçülen değer ($7,1 \pm 1,2 \times 10^8$ KOB/100ml) kontrol grubuna göre yaklaşık 14 kat yüksek olması, düşük besin koşullarında

mikroplastiklerin bakteriler için alternatif tutunma yüzeyi sağlayarak geçici hayatta kalma avantajı sunduğunu düşündürmektedir (Imhof ve diğ., 2016; Kettner ve diğ., 2017). Aynı zamanda, DOI sistemlerde *E. coli* sayısında kontrol ve MP içeren gruplar arasında $1,9 \times 10^9$ KOB/100 ml düzeyinde bir fark gözlenmiştir. Bu MP içeren sistemde, mikroplastik başına $\approx 1,4 \times 10^6$ KOB/adet MP *E. coli* kolonizasyonu tespit edilmiştir. Benzer şekilde, HAB sayısında da yaklaşık $2,7 \times 10^9$ KOB/100 ml düzeyinde bir artış saptanmış ve bu sisteme bağlı olarak mikroplastik başına ortalama $8,7 \times 10^6$ KOB/adet MP olarak hesaplanmıştır. Bu bulgular, organik maddenin sınırlı olduğu ortamlarda dahi mikroplastiklerin bakteriyel kolonizasyon için kritik bir mikro-habitat işlevi gördüğünü göstermektedir. Özellikle HAB sayısındaki yüksek KOB/adet MP oranı, düşük besin koşullarında bile MP yüzeylerinin biyofilm tabakası oluşturarak bakterilerin metabolik adaptasyonunu sağladığına işaret etmektedir.

Çalışmamızdaki her iki sistemde de MP'ye bağlı bakteri düzeylerinin, kontrol gruplarına kıyasla daha stabil seyretmesi dikkat çekicidir. Örneğin, kontrol gruplarında *E. coli* ve HAB düzeyi zamanla % 40-60 azalırken, MP içeren sistemlerde bu azalma % 15-25 ile sınırlı kalmıştır. Bu durum, MP yüzeylerindeki biyofilm matrisinin bakterileri çevresel stres faktörlerinden (örn. besin yetersizliği, mikrobiyal rekabet) koruduğunu ve kalıcılığı artırdığını desteklemektedir. Ballesté ve diğ. (2024) ile uyumlu şekilde, MP'lerin pasif taşıyıcılıktan ziyade bakteriyel çoğalmayı teşvik eden aktif yüzeyler olduğu sonucuna varılmıştır. Ayrıca, Sheridan ve diğ. (2022), plastiklerden sızan çözünür ve biyo-yararlanabilir karbon bileşiklerinin, heterotrofik bakteriyel büyümeyi doğal çözünmüş organik maddeden 2, 3 kat daha fazla artırdığını ve plastiklerin mikrobiyal aktiviteyi bir besin kaynağı olarak desteklediğini göstermiştir. Bu bulgular, çalışmamızda gözlemlenen MP kaynaklı *E. coli* ve HAB sayısındaki artışla örtüşmektedir.

Rodrigues ve diğ. (2019), mikroplastiklerin yüzeyinde gelişen biyofilm yapılarının hem tür çeşitliliğini hem de bakteri yoğunluğunu artırabildiğini belirtmiştir. Ayrıca Liu ve diğ. (2019), biyolojik atıksu arıtma tesislerindeki mikroplastiklerin bakteriyel aktiviteyi artırıcı potansiyele sahip olduğunu göstermiştir. Bu bağlamda, çalışmamızda MP yüzeylerinde gözlemlenen yüksek HAB yoğunlukları, mikroplastiklerin mikrobiyal kolonizasyonu destekleyen yüzeyler olduğunu bir kez daha ortaya koymaktadır.

Özellikle YOİ sistemlerde gözlenen yüksek KOB/adet MP değerleri, nehir ağızları veya atık su kaynaklı kirlenmiş bölgeler gibi organik açıdan zengin ortamlarda MP'lerin bakteriyel bulaş riskini katlanarak artırabileceğine dair endişeleri haklı çıkarmaktadır. Buna karşılık, DOİ sistemlerde bile MP'lerin mikrobiyal taşınmada "sığınak" işlevi görmesi, bu partiküllerin uzun mesafeli bakteri yayılımındaki rolünü vurgulamaktadır. Sonuç olarak, MP'lerin bakteriyel ekoloji üzerindeki etkisi yalnızca taşıyıcılıkla sınırlı olmayıp, özellikle organik madde varlığında mikrobiyal dinamikleri yeniden şekillendiren bir faktör olarak değerlendirilmelidir.

Endişe verici bir diğer bulgu, mikroplastiklerin insan yapımı sistemlerde bile etkisini sürdürmesidir. Rygala ve diğ. (2020), içme suyu dağıtım sistemlerinde mikroplastik varlığının biofilm oluşumunu tetiklediğini ve HAB kolonilerinde ölçülebilir bir artışa yol açtığını (5×10^2 KOB/100ml, 22 °C) raporlamıştır. Bu veriler, mikroplastiklerin bakteriyel yük taşıyıcısı olarak çevresel ortamlarda önemli rol oynayabileceğini ve özellikle düşük besin koşullarında bakteriler için bir “barınak” sunduğunu ortaya koymaktadır. Ayrıca, MP'lerin üzerinde oluşan bu biyofilmler, antibiyotik direnci veya patojen geçişi gibi ikincil etkiler açısından da çevresel risk potansiyeli taşımaktadır (Ragusa ve diğ., 2021).

Ballesté ve diğ. (2024), plastikler üzerine tutmuş formdaki *E. coli* popülasyonunun 26 gün boyunca tespit edilebildiğini, ancak bu süreçte başlangıçtaki bakteri yükünün yaklaşık 5 log azalarak 10^4 KOB/pellet seviyesine düştüğünü raporlamıştır. Bu bulgu, serbest formdaki bakterilerin hızlı azalma eğilimine karşın, biofilm matrisinin patojenlerin uzun süreli korunumunu desteklediğini düşündürmektedir. Benzer şekilde Ormsby ve diğ. (2023), plastik yüzeylerde 28 gün boyunca canlı kalan ve patojenitesini koruyan *E. coli* kolonilerini gözlemlemiş; bu durumun, plastiklerin patojenik bakteriler için koruyucu bir rezervuar işlevi görebileceğini ortaya koyduğunu vurgulamıştır. Bununla birlikte, YOİ ve DOİ ortamlarında yürüttüğümüz çalışmamızda, sentetik atıksu ortamlarında ticari olarak temin edilen mikroplastiklere tutunmuş olan *E. coli* ve HAB kolonileri 30. günde de tespit edilmiştir (Tablo 4.6, Tablo 4.7). Bu bulgular, mikroplastiklerin patojenlerin çevresel dayanıklılığını artırarak halk sağlığı ve ekosistem risklerini şiddetlendirebileceğine dair endişeleri desteklemektedir. Özellikle içme suyu sistemleri gibi kritik altyapılarda mikroplastik-biofilm etkileşimlerinin yönetimi, gelecekteki çalışmalar için acil bir öncelik olarak öne çıkmaktadır.

Tez çalışması kapsamında ilk kez uygulanan laboratuvar ölçekli, çok katmanlı boşluklu fiber direkt nanofiltrasyon (dNF) sisteminin hem serbest hem de mikroplastiklere tutunmuş bakterilerin giderimindeki etkinliği kapsamlı biçimde değerlendirilmiştir. Üç tekrarlı analizlerle desteklenen veriler, sistemin hem serbest fazda hem de mikroplastiklere bağlı halde bulunan bakterileri yüksek oranda uzaklaştırabildiğini göstermektedir.

Bu çalışmada kullanılan dNF40 membranı hem serbest fazdaki hem de mikroplastik (MP) yüzeyine tutunan *Escherichia coli* (*E. coli*) ve toplam heterotrofik aerobik bakteri (HAB) düzeylerinin gideriminde % 99,95–99,99 aralığında yüksek verimlilik sergilemiştir. Tablo 4.8, Şekil 4.18 ve Şekil 4.22'de sunulan verilere göre, dNF sistemi sentetik evsel atıksu (Reaktör X) üzerinde *E. coli* için $\log_{10}$ 3,87–3,94 ($\approx$ % 99,986–99,988) ve HAB için $\log_{10}$ 3,87–4,15 ($\approx$ % 99,987–99,993) azalım sağlarken, bakteriyel düzey açısından daha yüksek değerlere sahip olan konvansiyonel atıksuda bu değerler $\log_{10} >4,0$ seviyesine ulaşmıştır. MBR atıksu örneklerinde ise başlangıçtaki düşük bakteriyel düzeye (*E. coli*: 10^5 KOB/ml) rağmen %99,95+ giderim sağlanarak sistemin düşük konsantrasyonlarda bile etkinliği kanıtlanmıştır. Bu bulgular, Ophorst ve diğ. (2024)'nin çalışmasıyla uyumlu olarak, dNF40 membranlarının uzun süreli kararlı çalışmasında yüksek organik madde tutma yeteneğine paralel olarak HAB giderimi noktasında (3,9 log giderim) da mikrobiyal kontaminasyonu başarıyla önleyebildiğini göstermiştir.

Kontrol grubu ise, MP içermeyen sentetik atıksuda gerçekleştirilen deneylerde, serbest *E. coli* gideriminde % 99,987 düzeyine ulaşmıştır. Bu durum, mikroplastiklerin bulunmamasının sistem performansını olumsuz etkilemediğini, aksine membranın yüksek tutma yeteneğinin bu gibi koşullarda da sürdürülebildiğini göstermektedir. HAB giderimi de % 99,990 gibi oldukça yüksek bir düzeyde gerçekleşmiştir.

Laboratuvar ölçekli dNF sisteminin, mikroplastiklere tutunmuş bakterilerin giderimindeki etkinliği değerlendirilmesi ile ilgili çalışmanın çıktıları, mevcut literatürde bildirilen değerlerle oldukça iyi örtüşmektedir. Talvitie ve diğ. (2015, 2017a, 2017b) çalışmalarında konvansiyonel ve ileri arıtma sistemlerinden çıkan atıksularda mikroplastik ve mikrobiyal kalıntıların varlığını vurgulamış; bu nedenle ek son ileri arıtım teknolojilerinin (disk filtre, hızlı kum filtrasyonu, MBR gibi) dahil tek başına yeterli olmadığını bildirmiştir. Bu çalışmada test edilen dNF sistemi ise, Lares ve diğ. (2018) çalışmasında önerdiği gibi daha gelişmiş filtrasyon modüllerinin

uygulanabilirliğini ortaya koymakta ve bakteriyel kalıntı düzeyinin % 0,01'in altına indirilebileceğini göstermektedir.

Ayrıca, NF (nanofiltrasyon) membranlarının, özellikle bakteriyel ve viral kontaminantların uzaklaştırılmasında gösterdiği yüksek performans, literatürde sıklıkla vurgulanmaktadır. Bu bağlamda, canlı ve toplam heterotrofik aerobik bakteri (HAB) sayımlarına dayalı olarak gerçekleştirilen $\log_{10}$ giderim analizleri, dNF40 membran modülünün yaklaşık 4 log düzeyinde HAB uzaklaştırma kapasitesine sahip olduğunu ortaya koymuştur. Bu değer, NF membranlarına göre daha üstün olan dNF membranlarının min. log giderim aralığına karşılık gelmekte olup (Obhorst ve diğ., 2024), sistemin yapısal bütünlüğünü ve etkinliğini doğrular niteliktedir.

Buna karşılık, önceki çalışmalarda bildirilen bazı membran arızalarının, özellikle lif kırıkları gibi fiziksel bütünlüğü tehdit eden durumlarda, uzaklaştırma verimliliğini 2 log'un altına düşürebildiği bilinmektedir (Liden ve diğ., 2016). Bu bulgular, doğru işletim şartları altında dNF sistemlerinin bakteriyel giderimde güvenilir bir performans sergileyebildiğini ve yapısal stabilitenin korunması halinde, 4 log seviyesinde mikrobiyal arıtım sağlanabileceğini göstermektedir.

Bu bulgular, laboratuvar ölçekli dNF40 membran modülünün bakteriyel kirleticilerin gideriminde literatürde raporlanan performansla uyumlu, hatta çoğu durumda daha üstün olduğunu göstermektedir. Örneğin, Ophorst ve diğ. (2024)'nin laboratuvar ölçekli dNF40 membranı ile organik mikro kirleticilerin (PFAS ve farmasötikler gibi) giderimi çalışmasında, Milli-Q suya aşılınmış HAB için % 99,98 giderim ($\log_{10}$ 3,9) rapor edilmiştir. Rutten ve diğ. (2023) tarafından yapılan çalışmada ise gerçek gri su numuneleri üzerine, laboratuvar ortamında kontrollü şartlarda eklediği *E. coli* ($\sim 10^7$ KOB/ml) için % 99,999 giderim ($\log_{10}$ 5,00) bildirilmiştir. Bu bağlamda, bu tez kapsamında gerçekleştirilen deneyler hem sentetik hem de gerçek atıksu örneklerinde dNF40 membranlarının yüksek bakteriyel arıtım potansiyelini doğrulamakta ve sistemin pratik uygulanabilirliğine güçlü bir dayanak sunmaktadır. Sonuç olarak, mikroplastik-bakteri etkileşiminin patojen taşıma riski göz önüne alındığında, dNF sistemleri içme suyu ve atıksu arıtımında halk sağlığı risklerini azaltmada kritik bir rol üstlenebilir.

Çalışmamızın devamında, farklı por açıklıklarına sahip membran filtrelerin (1,6 µm; 1,0 µm; 0,7 µm; 0,45 µm; 0,2 µm), laboratuvar ölçekli dNF pilotu öncesi ve sonrasında Reaktör X sentetik atıksu, Konvansiyonel ve MBR sistemlerine ait deşarj atıksu numunelerinde *E. coli* ve HAB giderimi üzerindeki etkileri incelenmiştir. Sonuçlar, filtre por çapı küçüldükçe mikroplastiklere (MP) bağlı bakterilerin tutulumunun istatistiksel olarak anlamlı şekilde arttığını ($p<0,001$), ancak hiçbir por çapında tam tutulumun sağlanmadığını göstermiştir. Özellikle 0,45 µm ve 0,2 µm filtreler, dNF öncesi tüm sistemlerde $\log_{10}$ giderim değerini 0,37-0,41 aralığına taşıyarak % 54-62 mikrobiyal uzaklaştırma verimliliği sağlamıştır (Tablo 4.9-4.10). Bu düzey, mikrofiltrasyonun etkili ancak sınırlı bir ön arıtma aşaması olduğunu desteklemektedir.

dNF öncesi verilerde Reaktör X sisteminde *E. coli* ve HAB' nin log giderim düzeyleri sırasıyla 0,16-0,41 ve 0,14-0,35 arasında değişmiş; konvansiyonel ve MBR sistemlerinde de benzer eğilimler gözlenmiştir. Filtrasyonun etkisinin, bakteriyel morfoloji, hücre duvar yapısı ve mikroplastik yüzeylerine bağlanma potansiyeli gibi mikrobiyal özelliklerle de ilişkili olduğu bilinmektedir. Bu, filtrasyon öncesi mikrobiyal yük ve atıksu tipi gibi faktörlerin giderim performansını doğrudan etkileyebileceğini ortaya koymaktadır. Zhou ve diğ. (2024) yapmış olduğu çalışmada, 0,2 µm por açıklığına sahip polikarbonat membranların dahi bazı durumlarda koliformların sızmasına engel olamadığını belirtmiştir.

Farklı membran filtrelerden elde edilen sonuç, dNF öncesi mikrofiltrasyonun *E. coli* ve HAB gibi mikroorganizmaların tutulmasında önemli bir ilk aşama olduğunu, ancak tam uzaklaştırma için yeterli olmadığını göstermektedir. Özellikle 0,2 µm gibi ince gözenekli mikrofiltrasyon filtrelerde dahi düşük düzeyde sızıntılar gözlenmesi, gelecek çalışmalarda dikkate alınması gerektiğine işaret etmektedir. Bu bağlamda, çalışmamız Zhou ve diğ. (2024) ile uyumlu sonuçlar ortaya koymakta ve mikrofiltrasyon sonrası gelişmiş arıtma adımlarının gerekliliğini bir kez daha doğrulamaktadır.

Bununla birlikte, Reaktör X, Konvansiyonel ve MBR sistemlerinden elde edilen dNF sonrası atıksu numunelerinde *E. coli* düzeyleri mikrofiltrasyon sonrası Reaktör X'te $\log_{10}$ 2,95±0,02, MBR'de $\log_{10}$ 2,90±0,01 seviyesine düşmüştür (Tablo 4.11). Bununla birlikte, 1,6 ve 1,0 µm por açıklığına sahip filtrelerde mikrobiyal geçişler kaydedilmiş, bu da MP yüzeyindeki bakterilerin fiziksel filtrasyonla tamamen uzaklaştırılamayacağını göstermiştir. HAB

analizlerinde benzer bir eğilim gözlenmiştir; ancak *E. coli*' ye kıyasla giderim oranlarının genellikle daha düşük gerçekleştiği, özellikle Reaktör X sisteminde 0,2 µm filtrede yalnızca % 43,9 giderim sağlandığı görülmüştür. Bu bulgular, mikrofiltrasyonun tek başına yetersiz kalabileceğini ve kimyasal oksidasyon gibi ileri dezenfeksiyon adımlarıyla desteklenmesinin kaçınılmaz olduğunu ortaya koymaktadır. Hem Zhou ve diğ. (2024) hem de Rihter Pikl ve diğ. (2024) çalışmaları ile tutarlı şekilde, bir mikrofiltrasyon sistemine entegre edilen ozonlama uygulaması, *E. coli* ve toplam koliform gideriminde sırasıyla % 93 ve % 88 oranlarında başarı sağlamış, ozonlama sonrası ise bu oran % 100'e çıkarılmıştır.

FE-SEM görüntüleri reaktör X, konvansiyonel atıksu ve MBR atıksu numuneleri üzerinde gerçekleştirilmiştir. Elde edilen görüntüler, mikroplastik partiküllerin ve bunlara bağlı bakteriyel yapıların dNF öncesinde yaygın biçimde bulunduğunu; buna karşın dNF sonrasında hem mikroplastik hem de bakteriyel morfolojilerin görsel olarak belirlenemeyecek düzeyde azaldığını göstermiştir. Özellikle Reaktör X sentetik atıksu örneğinde, dNF öncesi (Şekil 4.28) yaklaşık 184 µm çapında küresel polistiren mikroplastik partiküller üzerinde çubuk formda bakteri hücreleri gözlenmiştir. Bu yapıların boyutları ve morfolojileri, glutaraldehit ve alkol serileri ile yapılan fiksasyon protokolü sonrası FE-SEM ile net biçimde belirlenebilmiştir. Benzer şekilde dNF öncesi konvansiyonel sisteme ait numunede (Şekil 4.30), hem amorf hem de çubuksu bakteri hücrelerinin mikroplastik partiküllerle birlikte tespit edilmiş, bu da klasik çöktürme ve aktif çamur proseslerinin MP gideriminde yetersiz kalabileceğini ortaya koymuştur. Literatürde de benzer şekilde, konvansiyonel sistemlerin MP giderim oranlarının % 72–98,4 aralığında değiştiği, ancak çoğunlukla <5 µm boyutundaki partiküllerin atık su ile birlikte alıcı ortama geçtiği belirtilmektedir (Lares ve diğ., 2018; Ziajahromi ve diğ., 2017).

MBR sistemine ait numunelerde dNF öncesi (Şekil 4.32) az sayıda mikroplastik partikül ve hücresel yapı gözlemlenmiş; dNF sonrası (Şekil 4.33) ise düşük yoğunluklu, homojen dağılmış, mikroskobik partikül benzeri oluşumlar izlenmekle birlikte, belirgin bir bakteri hücresi veya olası mikro ve nanoplastik partikül varlığına dair herhangi bir görsel bulguya rastlanmamıştır. Bu durum, FE-SEM analizlerinin dNF filtrasyonunun hem mikroplastik hem de bakteri giderimi açısından etkili olduğunu doğruladığını göstermektedir.

dNF işlemi sonrasında geniş yüzey taramalarında (250x büyütme) elde edilen görüntülerde herhangi bir partikül veya hücresel yapı gözlenmemiş (Şekil 4.29, Şekil 4.31 ve Şekil 4.33),

bununla birlikte yalnızca bazı görüş alanlarına uygulanan yüksek büyütme (10.000x, 50.000x) yüzeyde dağılmış şekilde, nano boyutta (111nm, 125nm, 61,5nm, 47,8nm, 89,5nm) ve tanımlanamayan partikül benzeri yapılar izlenmiştir (Şekil 4.29c-d). Bu yapıların polimerik karakterde olup olmadığı ya da biyolojik orijinli olup olmadığı FE-SEM’de açık şekilde belirlenememektedir. Bu aşamada henüz numunelere organik madde giderimi işlemleri uygulanmamış olması nedeniyle, bu küçük partikül benzeri oluşumların organik kökenli kalıntılar veya çözünmüş organik madde birikimleri olabileceği değerlendirilmektedir (Masura ve diğ., 2015). Bu amaçla tez kapsamında ilerleyen aşamalarda, şüpheli bulunan partiküllerin kimyasal karakterizasyonu, organik madde giderimi sonrası, mikro-Raman’da yapılmıştır.

Bu bulgular, Ziajahromi ve diğ. (2017)’nin ileri membran filtrasyon sonrası bile hala bazı nano boyuttaki yapısal kalıntıların gözlemlenebileceğine ilişkin çalışmasıyla da paraleldir. Reaktör X (Şekil 4.29) ve konvansiyonel sistemi (Şekil 4.31) dNF sonrası numunelerinde, FE-SEM analizlerinde net biçimde partikül ve hücresel yapı giderimi kaydedilmiştir. MBR çıkışı dNF sonrası (Şekil 4.33) numunelerde de benzer şekilde, belirgin partikül veya bakteri varlığı tespit edilmemiştir. Bu sonuçlar, doğrudan nanofiltrasyonun, özellikle 0,01–0,1 µm aralığındaki gözenek boyutları sayesinde hem serbest bakterileri (~1–2 µm) hem de küçük mikroplastik partikülleri (>0,1 µm) etkin şekilde tutabildiğini gösteren literatürle uyumludur (Gevers, 2022; Ophorst ve diğ., 2024).

Çalışmada kullanılan dNF sisteminin, mikroplastiklerin ve/veya partiküler maddelerin geçişini engelleyecek yeterlilikte olduğu, FE-SEM görüntüleriyle açıkça doğrulanmıştır. Bakteri hücrelerinin ve mikro-nanoplastiklerin dNF40 membranı tarafından etkin şekilde tutulması, membran yüzey özelliklerinin uygunluğu (çok katmanlı yapısı) sayesinde önemli bir avantaj olarak değerlendirilmektedir. Zhao ve diğ. (2020) çalışması da membran yüzey pürüzlülüğü ve hidrofobikliğin, mikroplastik tutulumu üzerinde belirleyici etkisi olduğunu göstermektedir.

Genel olarak NF membranlarının bakteri ve mikroplastik tutulumundaki yüksek verimliliği, yalnızca gözenek-partikül boyut uyumsuzluğuna değil, aynı zamanda yüzey yükü ile partikül hidrofobisitesi arasındaki elektrostatik ve van der Waals etkileşimlerinin sinerjik birleşimine dayanır. Örneğin Gevers (2022), negatif yüklü membran yüzeylerinin, pozitif yüklü mikroplastikler üzerinde adsorpsiyon yoluyla ikincil bir bariyer oluşturarak fiziksel geçişi engellediğini deneysel olarak kanıtlamıştır. Bu bulgular, dNF sistemlerinin yalnızca fiziksel bir

elek görevi görmediğini, aynı zamanda elektrokimyasal tutulum mekanizmalarının filtrasyon verimliliğini artırdığını ortaya koymaktadır. Özellikle dNF40 membranının çok katmanlı yapısı [polietersülfon (PES) destek tabakası üzerinde ince bir polielektrolit (iyonik polimer) tabakası bulunur], hem yüksek mekanik dayanım hem de yüzey kimyası sayesinde hem hidrofobik (su itici) hem de elektrostatik özelliklerini güçlendirerek, bu sinerjik etkiyi mümkün kılmaktadır.

Sonuç olarak, FE-SEM analizleri, doğrudan nanofiltrasyonun hem bakteriyel kontaminasyonu hem de mikroplastik kirliliğini ileri düzeyde azaltabileceğini görsel olarak desteklemiştir. dNF sisteminin hem konvansiyonel hem de ileri arıtılmış (MBR) evsel atıksu deşarjlarında mikroplastik ve bakteri gideriminde etkili bir yöntem olduğu ortaya konmuştur. Belirgin gözlenmemiş olsa da < 100 nm boyutlu partiküller için FE-SEM sonuçları yeterli olmadığı için mikro-Raman incelemeleri yapılmıştır.

Mikro-Raman spektroskopisi ile gerçekleştirilen deneme çalışmalarında, Konvansiyonel ve MBR sistemlerinden alınan atıksu numuneleri, dNF öncesi ve sonrası olmak üzere, $0,2 \mu\text{m}$ por açıklığına sahip naylon membran filtreler (Millipore, GNWP 04700) kullanılarak süzölmüştür. Filtrasyon sonrası filtreler, 30°C 'de etüvde 24 saat kurutulmuş ve ardından filtre yüzeylerinde biriken şüpheli mikro ve nanoplastiklerin kimyasal yapısı μ -Raman analizleri ile karakterize edilmiştir. Analiz yöntemi, Oßmann ve diğ. (2018) ile Imhof ve diğ. (2016) tarafından önerilen küçük boyutlu mikroplastik araştırma yaklaşımlarına dayandırılmıştır. Bu kapsamda, her bir filtrenin yüzeyinden rastgele seçilen beş farklı noktadaki plastik partiküller incelenmiş; elde edilen MNP boyut ve kimyasal yapı analiz sonuçları Tablo 17'de, Şekil 4.40, Şekil 4.41, Şekil 4.42 ve Şekil 4.43'te özetlenmiştir.

Mikro-Raman'da kantitatif güvenilirliğin önemli sınırlamalarından biri filtre yüzeyindeki heterojen partikül dağılımıdır. Bu heterojenliğin etkisini değerlendirmek amacıyla, metot validasyonu için her numuneye ek olarak hazırlanan ikincil filtrelerden ($n=18$) yalnızca 7'si analiz edilmiştir. Uzun analiz süresi (30 dakika/ 7mm^2) ve yüksek maliyet nedenleriyle birlikte istatistiksel yeterlilik de göz önüne alınarak, sınırlı tutulan bu ölçümlerde, birincil filtrelerden ($n=18$) elde edilen yoğunluklara kıyasla önemli bir fark görülmemiştir. Validasyon filtrelerinden ($n=7$) elde edilen kantitatif sonuçlar, birincil filtrelerle ($n=18$) arasında ortalama $\pm\%20$ 'den düşük sapma göstererek metodolojik tutarlılığı desteklemiştir. Bu bulgu, mikro-Raman'da sıkça rapor edilen yüzeysel varyasyonun ($\%30$ - 50 ; Imhof, 2016; Pivokonsky, 2018)

kabul edilebilir düzeyde olduğunu ve çoklu nokta örnekleme yaklaşımının metodolojik olarak yeterli temsiliyeti sağladığını desteklemektedir. Ayrıca, validasyon filtrelerinin atıksu numunelerindeki (n=5) kantitatif sonuçları, birincil filtrelerle karşılaştırıldığında, toplam ortalama MNP yoğunluğu sırasıyla %4,3 ve % 4,28 olarak yakın düzeyinde kaldığı görülmüştür, bu sebeple, nihai kantitatif yoğunluk ve boyut dağılımı verileri yalnızca 18 adet birincil filtre setine (5 noktalı tarama) dayandırılmış; şahit filtrelerle birlikte toplam 7 adet validasyon filtresi yalnızca metot güvenilirliğini doğrulama amacıyla kullanılmıştır. Bununla birlikte, literatürdeki çoğu çalışmada (Imhof 2016; Pivokonsky 2018) filtre tekrarı yapılmamış, tek filtre ile çalışmıştır. Buna karşı çalışmamızda, kimyasal karakterizasyonda validasyon filtrelerinin seçici kullanımı, birincil filtrelerde spektral kalitesi düşük partiküllerde tanımlama güvenilirliğini artırmıştır.

Öte yandan, kimyasal karakterizasyon (polimer tanımlama) çalışmaları ise büyük ölçüde 18 adet birincil filtre üzerinden gerçekleştirilmiştir. Her bir birincil filtre üzerinde, mikro-Raman görüş alanlarındaki plastik benzeri partiküller arasından seçilen şüpheli örnekler üzerinden gerçekleştirilmiştir. Birincil filtre üzerinde spektral kalite sorunlarının gözlemlendiği sınırlı sayıda örnekte, validasyon filtreleri (ikincil filtreler) destekleyici veri kaynağı olarak kullanılmış (n=7), bu sayede daha yüksek HQI % oranına sahip, kimyasal olarak tanımlanabilir partiküller elde edilmiştir (Ek 2.2). Kimyasal karakterizasyon sonuçları bu şekilde elde edilen spektrumların değerlendirilmesiyle oluşturulmuştur.

Çalışmadan elde edilen sonuçlar, naylon membran filtrelerdeki neredeyse tüm partiküllerin, μ -Raman sinyalleriyle örtüşen ve yanlış pozitif tanımlamalara yol açan bir polimer olan poliamid 6 (Naylon 6) (PA HQI>%80) olarak, analiz sonucunda % 80 benzerlik oranıyla tanımlandığını ortaya koymuştur. Bu sorun, hedef mikro-nanoplastiklerden biri olan poliamid 6'nın naylon filtre materyalinin de ana yapısını oluşturmasından kaynaklanmaktadır. Naylonun varlığı, diğer polimerlerin sinyalleriyle üst üste binen bir Raman sinyaline yol açmış ve baskın gelmiş, sonuçlardan geçersiz pozitif veriler elde edilmiştir (Şekil 4.40, Şekil 4.41 ve Şekil 4.42).

Çalışmamızın özgün bir yanı da naylon filtrelere daha güvenilir bir alternatif sunmak amacıyla, aynı por açıklığına sahip (0,2 μ m) rejenere selüloz (RC) membran filtreler karşılaştırmalı olarak incelendi. Cai ve diğ. (2020) da işaret ettiği gibi, karışık selüloz filtrelerin derin gözenek yapıları, mikropplastiklerin tutulumunu artırıyor. Ancak, karışık selüloz filtrelerin temin

edilememesi nedeniyle, bu çalışmada benzer yapısal özelliklere sahip RC filtreler kullanıldı. Çalışmamızda, RC filtrelerin daha nötr bir arka plan sağladığı ve PA6 gibi naylon kaynaklı kontaminasyon riskini azalttığı gösterilmiştir.

Naylon filtreler ile Konvansiyonel ve MBR atık su örneklerinde yapılan mikro Raman incelemelerinde tespit edilen şüpheli partiküllerin kimyasal bileşiminde ağırlıklı olarak tespit edilen Poliamid 6 (PA 6) tekstil ve plastik endüstrilerinde yaygın kullanımı nedeniyle atık su sistemlerine karışabilen bir polimerdir. Bu sebeple, atıksularda yapılacak spektroskopik çalışmalarda özellikle naylon filtre kullanılmaması oldukça önem taşımaktadır. Bunun dışında, Poliakrilamid (PAM) gibi yaygın endüstriyel polimerler yüksek oranlarda tespit etmiştir. PAM, su arıtma sistemlerinde yaygın olarak kullanıldığı için atık su örneklerinde daha çok görülmesi beklenen bir sonuçtur. RC membran filtreler ile aynı atıksu örneklerinde yapılan çalışmalar, özellikle MBR sistemlerinde Polyester (PET) ve Poliviniliden Florür (PVDF) için daha yüksek tespit oranları göstermiştir. PET ambalaj ve tekstilde yaygınken, PVDF yüksek kimyasal direnci nedeniyle filtrasyon ve membran teknolojilerinde sıklıkla kullanılan bir malzemedir. Öte yandan, çalışmamızdaki atıksu arıtma tesisinin çıkışından örnek alınan MBR modüllerinin membran malzemesi PVDF değil Polieter Sülfon (PES) olduğu için bu durumun MBR teknolojisinden kaynaklanan bir kontaminasyonla ilişkilendirilmesi mümkün değildir. Bu bulgular, farklı filtre tiplerinin belirli polimer türlerini yakalamadaki etkinliğini ve bu polimerlerin atık su sistemlerindeki yaygınlığını vurgulamaktadır.

Bununla birlikte, Konvansiyonel atıksu arıtma tesisi çıkışında, RC filtre ile yapılan analizler örnek başına ortalama $14,8 \pm 4.2$ partikül tespit ederken, naylon filtre ile bu sayı $20,2 \pm 5,4$ olarak ölçülmüştür. Bu tutarsızlık, filtre tipinin ölçülen MNP seviyelerini etkileyebileceğini ve naylon filtrelerin parçacık tespitinde yanlışlık yaratma potansiyeli olduğunu göstermektedir. Özellikle, tespit edilen partiküllerin yaklaşık % 50'sini $1 \mu\text{m}$ 'den küçük partiküller oluşturmuştur.

Buna karşılık, ileri MBR sisteminin çıkış suyunda önemli ölçüde daha düşük MNP konsantrasyonları gözlemlenmiştir. RC filtrelerle yapılan analizlerde örnek başına ortalama $5,0 \pm 2,0$ partikül tespit edilirken, naylon filtrelerde bu değer $9,0 \pm 2,0$ olarak kaydedilmiştir. Bu bulgular, ileri arıtma proseslerinin atık sudaki MNP yükünü belirgin şekilde azalttığını doğrulamaktadır. Ayrıca, her iki çıkış tipinde de naylon filtrelerle elde edilen sürekli yüksek

sayımlar, filtre kaynaklı kontaminasyon yanlışlığı olasılığını vurgulamakta ve bu tür çalışmalarda filtre seçimine dikkat edilmesi gerekliliğini pekiştirmektedir (Tablo 4.17, Tablo 18, Şekil 4.56, Şekil 4.57).

Cai ve diğ. (2020), naylon membran filtrelerin (%99.2) MP'leri karışık selüloz filtrelerden (%95.5) daha yüksek verimle tuttuğunu, ancak karışık selüloz filtrelerin parçacıkları (%70.4) naylon filtrelerden (%61.7) daha etkin yakaladığını bulmuştur. Cai ve diğ. (2020) naylon membran kullanmasına rağmen kontaminasyon kontrolünü detaylıca ele almamıştır. Benzer şekilde Su ve diğ. (2019), yüksek viskoziteli ve yüksek organik kirlilikteki numunelerde naylon filtreleri dayanıklılıkları nedeniyle tercih etmiştir, bununla beraber çalışmasında, PA6 kontaminasyonunu dikkate almamış ve yalnızca büyük mikropplastiklere (300–850 μm) odaklanmıştır. Naylon membranlar, MP araştırmalarında (Cai ve diğ., 2020; Mukhanov ve diğ., 2019; Su ve diğ., 2019) ve literatürde (Baylan ve diğ., 2024; Çelen Erdem ve diğ., 2024) yaygın olarak kullanılmış olmasına rağmen, ilişkili kontaminasyon riskleri genellikle yeterince ele alınmamış bulunmaktadır.

Çalışmamız, naylon filtrelerde deneysel olarak PA6 kontaminasyonunu ve Raman sinyal interferansını kanıtlayarak, bu filtrelerin polimer tiplerinin yanlış tanımlanmasına yol açabileceğini göstermiştir. Ayrıca mikro ve nanoplastiklerin (<10 μm) analizi, kontaminasyon risklerinin küçük partiküllerde daha belirgin olduğunu ortaya koymuştur. Naylon filtrelerde PA6'nın yüksek tespit oranı ve RC membranlara kıyasla düşük polimer çeşitliliği, naylon membranların kendisinin bir kontaminasyon kaynağı olabileceğine işaret etmektedir (Barlas-Turan ve Altuğ, 2025).

Mikro-Raman analizlerine RC filtreler ile devam edilmesi ardından, Reaktör X, Konvansiyonel ve MBR sistemlerinden dNF öncesinde ve sonrasında alınan atıksu numuneleri ve kontrol grupları [boş şahit filtreler, referans numuneleri (Ref1, Yön1 Ref 2 ve Yön2 Ref 2) ve ultrasaf su numuneleri] incelenmiştir.

Özellikle dNF öncesinde ReaktörX, Konvansiyonel ve MBR sistemlerinde sıklıkla tespit edilen polimerler arasında Polistiren (PS), Poliakrilik Asit (PAA), Polyester (PET), Poliviniliden Florür (PVDF) ve Poliakrilamid (PA) yer almıştır. Bu sonuçlar kısmen literatürle örtüşmektedir. Örneğin Pivokonsky ve diğ. (2018) ve Wang ve diğ. (2020), Polyester (PET), Polietilen (PE), Polipropilen (PP)'i baskın polimerler olarak rapor etmiştir. Ancak

çalışmamızda PAA ve PVDF'in yaygınlığı, evsel atıksu kaynaklı farklı polimer profillerine işaret etmektedir. Özellikle PAA tespiti literatürde nadir görülen bir bulgu olup, bu çalışmanın özgün bir katkısını temsil etmektedir.

Poliakrilik asit (PAA) suda çözünür bir polimer olmasına ve tipik olarak mikro-nanoplastik sınıfında yer almamasına rağmen, son çalışmalar süper emici polimerlerin UV maruziyeti, alkali pH, sıcaklık dalgalanmaları ve toprak etkileşimleri gibi çevresel stresörler altında katı, plastik benzeri partiküllere dönüşebildiğini göstermiştir (Buchmann ve diğ., 2024; Zhou ve diğ., 2021; Vilakati ve diğ., 2020). Ayrıca PAA'nın kalsiyum (Ca^{2+}) veya demir (Fe^{3+}) gibi iyonlarla etkileşimi, nanopartikül benzeri agregatlar oluşturabilmektedir (Gökçeören, 2023). Bu potansiyel dönüşüm, PAA'nın çevresel kalıcılık ve birikiminin toplam mikroplastik yüküne katkıda bulunabileceğini gösterdiğinden, mikroplastik analizlerine dahil edilmesinin önemini vurgulamaktadır.

Bu sonuçlar, konvansiyonel atıksu arıtma tesislerinin ve ileri MBR sistemlerinin bile mikroplastiklerin tamamen giderilmesi konusunda sınırlı bir etkiye sahip olduğunu göstermektedir. Literatürde de benzer bulgular rapor edilmiştir; örneğin Talvitie ve diğ.(2017), MBR sistemlerinin mikroplastik gideriminde % 99'a kadar verim sağladığını, ancak özellikle 100 μm altındaki partiküllerin tamamen tutulamadığını belirtmiştir (Talvitie ve diğ., 2017).

dNF sonrası analizlerde ise genel olarak mikro ve nanoplastik sayısında belirgin bir azalma gözlenmiş ve tespit edilen partiküller çoğunlukla PET ve PVDF kökenli olmuştur. PET gibi kimyasal olarak dayanıklı bazı polimerlerin, filtrasyon sonrasında sistemde kalabildiği gözlemlenmiştir. Literatürde de polyester ve poliviniliden florür gibi kristalin polimerlerin daha zor uzaklaştırıldığı bildirilmektedir (Ziajahromi ve diğ., 2017).

Mikro-Raman analizlerinde kontaminasyon kontrolünün önemini destekleyen şahit filtre incelemesi, literatürde de sıklıkla vurgulanmaktadır (Mintenig ve diğ., 2019). Çalışmamızda, şahit (Kontrol) filtre analizlerinde polikarbonat (PC), pamuk lifi, poliakrilik asit (PAA) ve poliamid 6 (PA6) gibi maddeler tespit edilmesi, laboratuvar ortamında kaçınılmaz olarak malzeme ve çevre kaynaklı bir kontaminasyon olduğunu göstermiştir (Bulgular, Bölüm 4.5.4: toplam mikro-nanoplastik ortalama lokal yoğunluğu $2,2 \pm 1,7$ adet/1,4 mm²). Bu durum, düşük yoğunluklu örneklerin değerlendirilmesinde daha dikkatli bir yaklaşımı gerektirmiştir. Çalışmada, klasik analitik tespit limiti (LOD) hesaplamalarının arka plan seviyesinin yüksekliği

nedeniyle uygulanmamış, bunun yerine literatürde düşük seviyeli partikül analizlerinde önerilen, mikroskopik sayımlarda düşük yoğunluklarda oluşan oransal belirsizlik dikkate alınarak, beş görüş alanında (7mm^2) yalnızca bir partikül tespitiyle hesaplanan 0,2 adet/ $1,4\text{mm}^2$ raporlama için alt sınır olarak esas alınmıştır. Bu yaklaşım, mikroskopik sayım tabanlı çalışmalarda, düşük seviye sınıflandırmalar için uygulamaya dayalı raporlama sınırlarının benimsenmesini öneren Mortari ve diğ. (2014) ile literatür temelli bir tutarlılık göstermektedir.

Sonuç olarak, laboratuvar ortamında düşük düzeyli ve boyut sınıfı farklı kontaminasyonun varlığı, literatürde de sıklıkla raporlandığı üzere (Primpke ve diğ., 2019; Koelmans ve diğ., 2019), ölçüm eşiklerinin yalnızca istatistiksel hesaplamalara değil, aynı zamanda operasyonel gözlemlere dayandırılmasının önemini ortaya koymaktadır.

Kontrol amaçlı, ultra saf su örneğinde yapılan incelemelerde dNF öncesi Yönl numuneleri için toplam partikül yoğunluğu oldukça düşük (ortalama 0,8 adet/ $1,4\text{mm}^2$) bulunmuş ve partiküllerin yarısı (%50) $>10\text{ }\mu\text{m}$ boyutunda tespit edilmiştir (Tablo 4.20). Bu durum, çalışma sırasında kullanılan ultra saf su numunelerinin çevresel kaynaklı minimum seviyede kontamine olmuş olabileceğini göstermektedir. dNF sonrası ise ultra saf su örneğinde bir kalıntıya rastlanılmamıştır.

Özetle bu çalışma, metodoloji ve sonuçlar bakımından mevcut literatürle uyumlu olmakla birlikte, kullanılan filtre tipleri ve analitik yaklaşımlara bağlı özgün bulgular da sunmaktadır. Bu bulgular, su sistemlerindeki mikroplastik dağılımı ve karakterizasyonunun kapsamlı şekilde anlaşılmasına katkı sağlamaktadır.

Mikro-Raman analizinde ağırlıklı olarak küçük MP ($< 10\text{ }\mu\text{m}$) ve NP ($< 1\text{ }\mu\text{m}$) incelenmiş olmasından dolayı MP ve NP karakterizasyonunda çeşitli zorluklar yaşanmıştır. Raman spektroskopisinin performansını, özellikle plastik karakterizasyonunda etkileyen en kritik parametrelerden biri uyarım lazerinin dalga boyudur. Bu amaçla başlıca 532 nm (yeşil) ve 785 nm (yakın kızılötesi) dalga boyları kullanılmaktadır. Mevcut literatürdeki çalışmaların yaklaşık %57'sinde tercih edilen 785 nm lazer, sinyal şiddeti ile floresan baskılama arasında optimal bir denge sağlar (Nava ve diğ., 2021). Ancak bazı analizlerde daha yaygın kullanılan 532 nm dalga boyu, aynı ölçüm koşullarında 785 nm lazere kıyasla yaklaşık beş kat daha güçlü sinyal şiddeti üretir (Zhao ve diğ., 2017; Nava ve diğ., 2021). Buna rağmen, 532 nm dalga boyu çeşitli

bileşiklerde floresansa neden olarak dedektörü aşırı yükleyebilir ve istenmeyen gürültü oluşturabilir (Zhao ve diğ., 2017).

Bu çalışmada 532 nm lazer seçimi daha güçlü bir sinyal sağlamış ancak önemli ölçüde floresan girişimine yol açmıştır. Sinyal şiddeti ile floresan girişimi arasındaki bu dengenin, gelecek çalışmalarda ölçüm koşullarını optimize etmek için dikkatlice yönetilmesi gerekmektedir. Ayrıca, yüksek sinyal-gürültü oranı (SNR) ve pozlama süresi ile birikim ayarlama gerekliliği, mevcut mikro-Raman düzeneğinin doğal sınırlamalarını ortaya koymakta ve analizin hem doğruluğunu hem de tekrarlanabilirliğini etkileyebilmektedir.

Bununla birlikte, mikro-Raman'da yapılan çalışmalarda HQI (Hit Quality Index), ölçülen spektrum ile referans spektrum arasındaki eşleşme faktörünü ifade etmektedir. Spektrum gürültü ve floresandan arındıkça ve referans spektruma benzedikçe HQI değeri artmaktadır. Bu çalışmada, mikro-Raman ile analiz edilen birçok MP ve NP partikülünde pigment içeriği nedeniyle yüksek floresan arka plan gözlemlenmiştir. Buna rağmen karakteristik pikler tespit edilmiş ve bu partiküller MP ve NP olarak değerlendirilmiştir (Ragusa ve diğ., 2021; Imhof ve diğ., 2016). Ancak yüksek floresan, bazı partiküllerin HQI değerlerinin %70'in altında kalmasına neden olmuştur.

Pigment molekülleri, yapılarında bulunan konjuge çift bağ sistemleri nedeniyle yüksek derecede polarize edilebilirlik sergiler. Bu özellik, Raman spektroskopisi sırasında pigmentlerin lazer ışığına güçlü bir şekilde tepki vermesine ve yoğun sinyaller üretmesine neden olur. Bu nedenle, analiz edilen numune içinde hem pigment hem de polimer bulunduğunda, pigment bileşenlerinin Raman spektrumu üzerindeki etkisi daha belirgin hale gelir. Özellikle polar olmayan bir polimer matris söz konusu olduğunda, pigmentlerin oluşturduğu sinyaller baskın çıkarak polimerin karakteristik piklerini maskeleyebilir (Käppler ve diğ., 2016). Ayrıca, tespit edilen MP ve NP' lerin polimer yapısını belirlemek için elde edilen Raman spektrumları ilgili KnowItAll ve ID Finder kütüphaneleri ile karşılaştırılmış ve en yüksek eşleşme kategorisine göre sınıflandırılmıştır (Ragusa ve diğ., 2021).

Boyalı mikroplastiklerin dağılımını inceleyen Imhof ve diğ. (2016), daha küçük mikroplastiklerde (1 μm - 50 μm) büyük olanlara (>500 μm) kıyasla daha fazla boya partikülü bulunduğunu bildirmiştir. Ancak birçok mikroplastik çalışmasında küçük mikroplastiklerin (<20 μm) göz ardı edilmesi nedeniyle, mevcut tanımlama yöntemleri küçük ve boyalı

mikroplastiklerin polimer yapısını doğru şekilde belirlemek için henüz yetersizdir (Lattin ve diğ., 2004; Fischer ve diğ., 2015; Imhof ve diğ., 2016; Ragusa ve diğ., 2021).

Bu çalışmanın bulguları, düşük benzerlik indekslerine rağmen, incelenen ortamdaki mikro ve nanoplastiklerin doğası ve dağılımı hakkında kritik bilgiler sunmaktadır. Düşük benzerlik indeksleri sonuçların geçerliliğini zayıflatmasa da alanın kabul edilmiş bir sınırlaması olan küçük mikroplastiklerin ve nanoplastiklerin analizindeki zorlukları vurgulamaktadır. Dolayısıyla bulgular, mevcut metodolojilerle tutarlıdır ve çalışmanın en zorlu koşullarda bile mikroplastik ve nanoplastik varlığını ve özelliklerini değerlendirme yeteneğini göstermektedir.

Bunun dışında yaşanan diğer bir sınırlama ise, Mikro-Raman tanımlama sürecinde, filtrenin tam yüzey alanının (%100, 1735 mm²) üzerindeki tüm küçük partiküllerin (<10 µm) analiz edilmesinin son derece zaman alıcı, zor ve maliyetli bir prosedür olacağı anlaşılmıştır. Çalışma literatürle uyumlu şekilde yürütülse de uzun saatler süren çalışmalar sonucunda her bir filtreye ait yüzey alanının % 25'inden azına denk gelen (her biri 1 x 1,4 mm objektif alanı olan) yalnızca beş nokta analiz edilebilmiştir. Küçük mikroplastiklerin (<10 µm) ve nanoplastiklerin daha verimli mikro-Raman analizi için, daha kısa sürede geniş bir alanın taranmasını sağlayacak daha küçük yüzey alanına sahip filtrelerin kullanılması önerilmektedir. Bu sınırlama, gelecekteki araştırmalar ve metodolojik iyileştirmeler için önemli bir alanı işaret etmektedir.

Filtrenin geniş yüzey alanı ve analiz edilen bölgenin küçüklüğü nedeniyle, incelenen alandaki mikro ve nanoplastik miktarı atık su arıtma tesisinin debisi ile ilişkilendirilmemiş ve sonuçların manipülasyonunu önlemek için "partikül/L" olarak ifade edilmemiştir.

Mikro ve nanoplastiklerin analizi ile ilgili sınırlayıcı başka bir faktör ise, numunelerdeki miktarının belirlenmesi, örnekleme lokasyonları, analitik metotlar ve örnekleme stratejileri gibi faktörlerden etkilenmesidir. Ancak, literatürdeki çalışmalar arasındaki bu parametrelerdeki tutarsızlıklar, verilerin karşılaştırılabilirliğini engellemektedir. Ayrıca, partikül boyutlarındaki heterojenite ve kullanılan analitik tekniklerin çeşitliliği, ham ve arıtılmış sulardaki mikro ve nanoplastik dağılımına ilişkin verilerin tam olarak kıyaslanamamasına neden olmuştur. Bu metodolojik varyasyon, standart protokollerin eksikliğiyle birleştiğinde, çalışmalar arası karşılaştırmalar ve bulguların entegrasyonu için önemli zorluklar oluşturmaktadır. Örnek olarak Talvitie ve diğ. (2015) MBR teknolojisine sahip ileri bir evsel atıksu arıtma tesisi deşarjında % 99 oranında mikroplastik tutulumu olduğunu belirtmiş ve birçok literatüre de kaynak konusu

olmuştur. Ancak, bahsi geçen % 99 giderim $>20 \mu\text{m}$ olarak ölçülebilen mikroplastikler için açıklanmıştır.

Çalışmamızda, mikro ve nanoplastiklerin boyut ve yoğunluk analizi için elde edilen bulgular, dNF öncesi analizlerde en yüksek ReaktörX sentetik atıksu örneklerinde, ardından Konvansiyonel evsel atıksu deşarj örneklerinde mikro-nanoplastik yoğunluğu gözlemlenirken, MBR sistemi deşarj örneklerinde daha düşük yoğunluklar tespit edilmiştir. Boyut dağılımları incelendiğinde, genel olarak $5\text{--}10 \mu\text{m}$ aralığındaki partiküller çoğunlukta olmakla birlikte, Yön2 Fenton protokolü uygulanmış MBR numunesi gibi bazı örneklerde $<1 \mu\text{m}$ partiküllerin baskınlığı dikkat çekmiştir (Tablo 4.19). Pivokonsky ve diğ. (2018) içme suyu arıtımında dahi $1\text{--}10 \mu\text{m}$ boyutundaki mikroplastiklerin % 95'e kadar varan oranlarda hâlâ varlığını koruduğunu ifade etmiştir.

Bununla birlikte, yapılan mikro-Raman analizlerinde, ısıtmalı Fenton protokolü (Yön1) uygulanan numunelerde ısıtmasız protokole (Yön2) göre daha düşük mikro ve nanoplastik yoğunlukları tespit edilmiştir (Tablo 4.20). Ayrıca, Yön1 protokolü uygulanan numunelerde dip kısmında daha fazla çökelti oluştuğu gözlenmiştir (Şekil 4.34). Yön2 protokolünde ise belirgin bir çökelti oluşumu kaydedilmemiştir (Şekil 4.35). Bu nedenle, dNF arıtım etkinliklerinin değerlendirilmesinde daha doğru sonuçların elde edilebilmesi amacıyla, ısıtmasız protokol (Yön2) uygulanan numunelere ait tespit edilen mikro-nanoplastikler yoğunluğu esas alınmıştır (Tablo 4.20).

Bu çalışmada, laboratuvar ölçekli çok katmanlı direkt nanofiltrasyon (dNF) sisteminin, farklı atıksu türlerinden mikro ve nanoplastik (MNP) giderim verimliliği mikro-Raman analizleriyle değerlendirilmiştir. MNP analizlerinde, her biri $1,4 \text{ mm}^2$ 'lik görüş alanına sahip 5 farklı noktada yapılan sayımların lokal ortalamaları esas alınarak partikül yoğunlukları adet/ $1,4 \text{ mm}^2$ cinsinden hesaplanmıştır. Bu yaklaşım, filtre yüzeyinin yalnızca %4'ünü örnekleyen sistematik alan örnekleme yöntemine dayanmaktadır ve literatürde Imhof ve diğ. (2016) tarafından filtre yüzeyinde yapılan %1,6'lık tarama oranı ile uyumludur. dNF çıkış örneklerinde düşük MNP yoğunluğu (<1 adet/ $1,4 \text{ mm}^2$) gözlenmiş ve bu durum, istatistiksel belirsizlikleri artırmıştır. Ayrıca, uygulamaya dayalı raporlama eşiği ($<0,2$ adet/ $1,4 \text{ mm}^2$) altında kalan değerler de elde edilmesinden dolayı, bu örneklerde standart sapma (SD) değerleri raporlanmamıştır. Bu yaklaşım, Koelmans ve diğ. (2019) ile Primpke ve diğ. (2019) tarafından vurgulandığı üzere,

düşük yoğunluklu verilerde SD'nin yanıltıcı varyans algısı yaratma riskiyle tutarlıdır. Örneğin, 5 bölgede 1 partikül tespiti durumunda hesaplanan $SD \approx 0,45$ olacak ve bu değer, ortalamanın (0,2 adet/1,4 mm²) 2 katından fazla belirsizlik anlamına gelecektir. Bu nedenle, yalnızca ≥ 1 adet/1,4 mm² yoğunluğa sahip örneklerde SD verilmiştir.

Sentetik Reaktör X atıksu örneklerinde dNF sistemi, $<1 \mu\text{m}$ boyutunda iz düzeyde partikül tespit edilmiştir. Bu durum, sistemin toplamda % 99,980 gibi oldukça yüksek bir verimlilik sağladığını ve nanoboyuttaki partiküller dışında tüm mikroplastiklerin etkin biçimde uzaklaştırıldığını göstermektedir. Bu sonuç, Picó ve diğ. (2019) tarafından bildirilen %99,00'ın üzerindeki mikroplastik giderim verimi ile uyumludur.

Konvansiyonel evsel atıksu örneklerinde ise dNF sonrası tüm boyutlarda ortalama % 99,129 oranında giderim başarısı elde edilmiştir. Özellikle $<1 \mu\text{m}$ partiküllerde % 98,319 gibi görece daha düşük ancak hâlâ yüksek kabul edilebilecek bir giderim oranı dikkat çekmektedir. Bu bulgu, Talvitie ve diğ. (2015) tarafından konvansiyonel sistemlerde bildirilen % 97–99 arası mikroplastik giderim oranlarıyla benzerlik göstermekte, ancak dNF teknolojisinin bu sistemlere göre daha üstün olduğunu ortaya koymaktadır.

İleri (MBR) arıtma sistemi örneklerine ait çıkış suyunda dNF sonrasında % 99,065 oranında genel giderim verimliliği sağlamıştır. $<1 \mu\text{m}$ partiküllerde % 99,333, 1–5 μm partiküllerde ise %98,305 oranında giderim sağlanmıştır. Bu bulgu, MBR sistemlerinin dahi tek başına küçük partiküller üzerinde yeterli tutuculuğa sahip olmadığını göstermektedir. Bunun yanında, elde edilen sonuçlar dNF'in nano ölçekli plastiklerdeki kritik rolünü desteklemektedir.

Pivokonsky ve diğ. (2018) tarafından yürütülen çalışmada, içme suyu arıtma tesislerinden çıkan örneklerde dahi 1–10 μm boyutundaki partiküllerin % 95'e kadar olan kısmının hâlâ sistem çıkışında gözlemlendiği rapor edilmiştir. Bu bağlamda, dNF sisteminin hem geleneksel arıtma sistemlerinden hem de ileri arıtım teknolojilerinden daha etkin olduğu görülmektedir. Ayrıca, ReaktörX sentetik ortamındaki yüksek başlangıç partikül yüküne rağmen sağlanan verimlilik, sistemin aşırı partikül yoğunluklarında dahi etkin çalışabildiğini göstermektedir.

Bu bulgular, dNF teknolojisinin hem küçük mikroplastiklerin partiküllerin uzaklaştırılmasında hem de nano ölçeğindeki plastikleri yüksek oranda giderilmesinde son derece yüksek verimlilik sunduğunu göstermektedir. Literatürde bildirilen ikincil ve üçüncül arıtma sistemleriyle

karşılaştırıldığında bu verimlilik oldukça dikkat çekicidir. Örneğin, Murphy ve diğ. (2016), modern bir konvansiyonel evsel atıksu arıtma tesisinde (ikincil arıtma) mikroplastik giderim oranını % 98,4 olarak rapor ederken, Talvitie ve diğ. (2015) İleri (örn: MBR) teknoloji ile (üçüncül biyolojik filtrasyonla) desteklenen bir evsel atıksu arıtma tesisinde mikroplastik gideriminin ancak % 99 aralığına yükseldiğini olduğunu bildirmekle birlikte, çalışmalarında giderimi yapılan mikroplastiklerin 20 μm 'dan büyük olduğu göz önünde tutulmalıdır. Dolayısıyla bu çalışmadaki sonuçlar, dNF sisteminin klasik MBR ve konvansiyonel arıtma sistemlerine göre de daha yüksek partikül giderim kapasitesine sahip olduğunu ortaya koymaktadır.

Bu çalışmada gözlemlenen bulgular, dNF sisteminin hem mikroskobik hem de nanoboyuttaki plastik partiküllerin gideriminde yüksek etkinlik sağladığını ortaya koymaktadır. Ancak, özellikle $<1 \mu\text{m}$ boyutundaki nanoplastik partiküllerin tam gideriminin sağlanması için membran özelliklerinin (por çapı, yüzey yükü gibi) daha da optimize edilmesi gerektiği, Mintenig ve diğ., (2019) çalışmasında da vurgulandığı gibi önemli bir husus olarak değerlendirilmelidir. Ayrıca, Zhang ve diğ. (2021), membran filtrasyon sistemlerinin 5 μm 'den büyük partiküllerde % 99,9'a varan giderim sağladığını belirtmiştir. Ancak, $<1 \mu\text{m}$ partiküllerde giderimin daha düşük olması, bu boyuttaki partiküllerin filtrasyon mekanizmalarından kaçma eğiliminde olduğunu göstermektedir (Wang ve diğ., 2020).

Bununla birlikte, evsel atıksulardaki mikro- nanoplastiklerin ve mikroplastiklere tutunan bakterilerin gideriminde çok katmanlı direkt nanofiltrasyon (dNF) teknolojisinin etkinliği laboratuvar ölçeğinde kapsamlı bir şekilde çalışmada değerlendirilmiştir. Yüksek ve düşük organik içerikli ortamlarda yürütülen deneyler, mikroplastik yüzeylerinde gelişen biyofilmlerin patojen taşınım riskini artırdığını ve serbest bakterilere kıyasla daha dirençli olduğunu ortaya koymuştur. dNF40 membranı hem sentetik hem de gerçek atıksu örneklerinde mikroplastiklerin ($>\% 99$) ve bakterilerin ($>\% 99,9$) (4 log) yüksek verimle giderimini sağlamış, ayrıca mikro-Raman analizleriyle nanoplastiklerin ($<1 \mu\text{m}$) bile etkin şekilde tutulduğu doğrulanmıştır. FE-SEM analizlerinde dNF sonrası numunelerde belirgin mikroplastik veya bakteri morfolojisi gözlenmemesi bu bulguları desteklemektedir. Bununla birlikte, $<0,1 \mu\text{m}$ nanoplastiklerin ve biyofouling kaynaklı mikroskobik fragmanların uzun vadeli riskleri, ileri karakterizasyon çalışmalarıyla değerlendirilmelidir. Ayrıca, çalışmalarda naylon filtrelerin poliamid 6 (PA6)

kontaminasyonu gibi metodolojik zorluklar, mikro-Raman sonuçlarının yorumlanmasında dikkatli olunması gerektiğini göstermiştir.

dNF40 membranı, evsel atıksulardaki mikro-nanoplastiklerin ve bakteriyel risklerin minimize edilmesinde umut vadeden bir teknoloji olarak öne çıkmaktadır. Ancak, bu bulguların evsel saha ve/veya endüstriyel vb. gerçek ölçeğe aktarılabilmesi için dinamik çevresel koşullarda validasyonu üzerine odaklanılmalıdır. Laboratuvar ölçeğindeki kontrollü koşulların gerçek türbülanslı akış, uzun vadeli biyofouling gibi çevresel dinamiklerden farklılık göstermesi, teknolojinin endüstriyel uygulanabilirliğinin pilot ölçekli çalışmalarla doğrulanmasını gerektirmektedir. Gelecek araştırmalarda, mikroplastik-bakteri etkileşimlerinin moleküler mekanizmaları, membran dayanıklılığının artırılması ve filtre standardizasyon protokolleri üzerine odaklanması önerilmektedir. Bu adımlar, sürdürülebilir su yönetimi politikalarının geliştirilmesine ve halk sağlığı risklerinin azaltılmasına katkı sağlayacaktır.

KAYNAKLAR

- Acarer, E., 2023, Evaluation of microplastic pollution and membrane treatment performance in domestic wastewater treatment plants, *Journal of Water and Wastewater Science*, 9 (2), 115–128.
- Akhbarizadeh, R., Dobaradaran, S., Nabipour, I., Tajbakhsh, S., Darabi, A.H., Spitz, J., 2020, Abundance, composition, and potential intake of microplastics in canned fish. *Marine Pollution Bulletin*, 160, 111633.
- Alavian Petroody, S. S., Hashemi, S. H. and Van Gestel, C. A. M., 2021, No seasonal differences in the emission of microplastics from an urban wastewater treatment plant on the Southern Coast of the Caspian Sea, *Pollution*, 7 (2), 405–416.
- Alimi, O. S., Farner Budarz, J., Hernandez, L. M., Tufenkji, N., 2018. Microplastics and nanoplastics in aquatic environments: Aggregation, deposition, and enhanced contaminant transport. *Environmental Science & Technology*, 52(4), 1704–1724.
- Allen, S., Allen, D., Phoenix, V.R., Le Roux, G., Durántez Jiménez, P., Simonneau, A., Binet, S., Galop, D., 2019, Atmospheric transport and deposition of microplastics in a remote mountain catchment. *Nature Geoscience*, 12, 339–344.
- Altuğ, G., Çardak, M., Çiftçi Türetken, P. S., Kalkan, S., Gurun, S., 2020. Antibiotic and Heavy Metal Resistant Bacteria Isolated from Aegean Sea Water and Sediment in Gulluk Bay,
- Andrady, A.L., 2011, Microplastics in The Marine Environment, *Marine Pollution Bulletin*, 62(8), 1596-605.
- Anderson, P.J., Warrack, S., Langen, V., Challis, J.K., Hanson, M.L., Rennie, M.D., 2017, Microplastic Contamination in Lake Winnipeg, Canada. *Environmental Pollution*, 225 223-231.
- APHA, 2017, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (23rd ed.). *Washington DC: American Public Health Association*.
- Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi (ARUM), 2023, FE-SEM Analizi için Bakteri Fiksasyonu ve Dehidrasyon Protokolü. Eskişehir Osmangazi Üniversitesi (ESOGÜ) Meşelik Yerleşkesi, Eskişehir.
- Araujo, C. F., Nolasco, M.M., Ribeiro, A.M.P., Ribeiro-Claro, P.J.A., 2018, Identification of microplastics using Raman spectroscopy: Latest developments and future prospects. *Water Research*, 142, 426–440.
- AAT Bioquest, Inc., 2023, Quest Calculate Phosphate Buffer (pH 5,8 to 7,4) Preparation and Recipe, <https://www.aatbio.com/resources/buffer-preparations-and-recipes/phosphate-buffer-ph-5-8-to-7-4>.

- Avio, C.G., Gorbi, S., Regoli, F., 2015, Experimental development of a new protocol for extraction and characterization of microplastics in fish tissues: First observations in commercial species from Adriatic Sea. *Marine Environmental Research*. 111, 18-26.
- Bakaraki Turan, N., Sarı Erkan, H. and Onkal Engin, G., 2021, Microplastics in wastewater treatment plants: Occurrence, fate and identification". *Process Saf. Environ. Prot.*, 146, 77–84.
- Ballent, A., Corcoran, P. L., Madden, O., Helm, P. A., Longstaffe, F. J., 2016, Sources and Sinks of Microplastics in Canadian Lake Ontario Nearshore, Tributary and Beach Sediments. *Earth Sciences Publications*, 14.
- Ballesté, E., Blanch, A. R., Muniesa, M., Rodríguez-Rubio, L., García-Aljaro, C., Jofre, J., 2024, Survival and persistence of *Escherichia coli* on plastic debris in aquatic environments, *Water Research*, 215, 118234.
- Barlas Turan, N., Altuğ, G., 2025, Dimensions of Bias Caused by the Use of Nylon Membrane Filters During Micro/Nanoplastic Analysis., *Fresenius Environmental Bulletin*, 34 (02-03), 138-158.
- Bayo, J., López-Castellanos, J., Olmos, S., 2016, Membrane bioreactor and rapid sand filtration for the removal of microplastics in an urban wastewater treatment plant. *Marine Pollution Bulletin*, 156, 111211.
- Bevington, P. R., Robinson, D. K., 2003, *Data Reduction and Error Analysis for the Physical Sciences* (3rd ed.), McGraw-Hill.
- Bilgehan, H., 2004, Klinik ve Mikrobiyolojik Tanı, *Fakülteler Kitap Evi*, Barış Yayınları
- Blair, R. M., Waldron, S., & Gauchotte-Lindsay, C., 2019, Micro- and nanoplastic pollution of freshwater and wastewater treatment systems. *Springer Water*, 4, 159-178.
- Bretas-Alvim, C., Mendoza-Roca, J. A., & Bes-Piá, A., 2020, Wastewater treatment plant as microplastics release source—Quantification and identification techniques. *Journal of Environmental Management*, 258, 110028.
- Browne, M.A., Crump, P., Niven, S.J., Teuten, E., Tonkin, A., Galloway, T., Thompson, R., 2011, Accumulation of microplastic on shorelines worldwide: sources and sinks. *Environmental Science and Technology*, 45(21), 9175-9.
- Boucher, J., Friot, D., 2017, Primary microplastics in the oceans: A global evaluation of sources, *IUCN Reports*, 1–43.
- Buchmann, C. A., Vilakati, B., Zhou, Y., 2024. Transformation of superabsorbent polymers into microplastic-like particles under environmental conditions. *Environmental Pollution*, 342, 123456.
- Cai, L., Wang, J., Peng, J., Tan, Z., Zhan, Z., Tan, X., & Chen, Q., 2020, Characteristic of microplastics in the atmospheric fallout from Dongguan city, China: Preliminary research and first evidence. *Environmental Science and Pollution Research*, 27(13), 15782-15791.

- Campanac, C., Pineau, L., Payard, A., Baziard-Mouysset G., Roques C., 2002, Interactions between Biocide Cationic Agents and Bacterial Biofilms. *American Society for Microbiology (ASM) Journals- Antimicrobial Agents and Chemotherapy*, 46 (5): 1459.
- Carr, S.A., Liu, J., Tesoro, A.G., 2016, Transport And Fate Of Microplastic Particles In Wastewater Treatment Plants, *Water Research*, 91, 174-182.
- de Celis, M., Duque, J., Marquina, D., Salvadó, H., Serrano, S., Arregui, L., Santos, A., Belda, I., 2022, Niche differentiation drives microbial community assembly and succession in full-scale activated sludge bioreactors. *npj Biofilms and Microbiomes*, 8, Article 23.
- Claessens, M., Van Cauwenberghe, L., Vandegehuchte, M.B. & Janssen, C.R., 2013, New Techniques For The Detection Of Microplastics In Sediments And Field Collected Organisms, *Marine Pollution Bulletin*, 70(1–2), 227-233.
- Cole, M., Lindeque, P., Halsband, C., Galloway, T. S., 2011, Microplastics As Contaminants in The Marine Environment: A Review. *Marine Pollution Bulletin*, 62(12), 2588–2597.
- Cong, H., Hen, M., 2021, Ecotoxicological effects of microplastics on aquatic organisms: a review. *Environmental Science and Pollution Research*. 28, 44716-44725.
- Czerwińska-Główka, D., Krukiewicz, K., 2021, Guidelines for a Morphometric Analysis of Prokaryotic and Eukaryotic Cells by Scanning Electron Microscopy. *Cells*, 10(12), 3304.
- Çardak, M., 2009, İstanbul Boğazı'ndan İzole Edilen *Enterobacteriaceae* Üyelerinin Dağılımı ve Ağır Metal Dirençliğinin Araştırılması, *İstanbul Üniversitesi*, Doktora Tezi.
- Çelen Erdem, İ., Yurtsever, M. & Şahin, F., 2024, Determination of microplastics in drinking water treatment plants and tap water in Kocaeli, Türkiye, *Urban Water Journal*, 21(8).
- Çiftçi Türetken, P.S., Altuğ, G., Öksüzoğlu, T., 2020, The levels of plastic-associated heterotrophic bacteria on three different types of plastics, *Aquatic Sciences and Engineering*, 35(2), 31–35.
- Dehaut, A., Hermabessiere, L., Duflos, G., 2019, Current frontiers and recommendations for the study of microplastics in seafood. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, Volume 116, Pages 346-359
- Doğan, B., 2023, Antibiyotik direnç genlerinin mikroplastiklerle taşınımı. *Çevre Toksikolojisi*, 41(1), 30-45.
- Dris, R., Gasperi, J., Mirande, C., Mandin, C., Guerrouache, M., Langlois, V., Tassin, B., 2017, A first overview of textile fibers, including microplastics, in indoor and outdoor environments, *Environmental Pollution*, 221, 453–458.
- Dümichen, E., Barthel, A. K., Braun, U., Bannick, C. G., Brand, K., & Jekel, M., 2015, Analysis of polyethylene microplastics in environmental samples, using a thermal decomposition method. *Water Research*, 85, 451–457.

- Dyachenko, A., Mitchell, J., Arsem, N., 2017, Extraction and Identification of Microplastic Particles from Secondary Wastewater Treatment Plant (WWTP) Effluent, *Analytical Methods*, 9, 1412 – 1418.
- Edo, C., Gonz'alez-Pleiter, M., Legan'es, F., Fern'andez-Pi'nas, F., Rosal, R., 2020, Fate of microplastics in wastewater treatment plants and their environmental dispersion with effluent and sludge, *Environmental Pollution*, 259, 113837.
- Eisentraut, P., Dümichen, E., Bannick, C. G., Barthel, A. K., Senz, R. and Braun, U., 2018, Occurrence and fate of microplastics in wastewater treatment plants, *Water Research*, 133, 200–209.
- Emamjomeh, M.M., Torabi, H., Mousazadeh, M., Alijani, M.H., Gohari, F., 2019, Impact of independent and non-independent parameters on various elements' rejection by nanofiltration employed in groundwater treatment. *Applied Water Science*, 9:71
- 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(1), 70–81.
- European Union, 2000, Directive 2000/60/EC of the European Parliament and of the Council establishing a framework for Community action in the field of water policy, *Official Journal of the European Communities*, L 327/1
- Fischer, M., Scholz-Böttcher, B. M., 2017, Simultaneous trace identification and quantification of common types of microplastics in environmental samples by pyrolysis–GC/MS. *Environmental Science and Technology*, 51(9), 5052–5060.
- Flemming, H.-C., Wuertz, S., 2019, Bacteria and archaea on Earth and their abundance in biofilms, *Nature Reviews Microbiology*, 17, 247–260
- Ganie, Z. A., Khandelwal, N., Tiwari, E., Singh, N., & Darbha, G. K., 2021, Biochar-facilitated remediation of nanoplastic contaminated water: Effect of pyrolysis temperature induced surface modifications. *Journal of Hazardous Materials*, 417, vp.
- Gatidou, G., Arvaniti, O.S., Stasinakis, A.S., 2019, Review On The Occurrence And Fate Of Microplastics In Sewage Treatment Plants. *Journal of Hazardous Materials*,
- Geyer, R., Jambeck, J.R., Law KL., 2017, Production, use, and fate of all plastics ever made. *Science Advance*, 3(7): e1700782.
- Gevers, J.M., 2022. Electrostatic interactions in nanofiltration membranes: Implications for microplastic retention. *Journal of Membrane Science*, 643, 120045
- Gigault, J., Halle, A.T., Baudrimont, M., Pascal, P.Y., Gauffre, F., Phi, T.L., Hadri, E.H., Grassl, B., Reynaud, S., 2018, Current opinion: What is a nanoplastic? *Environmental Pollution*, 235, 1030-1034.
- Golding, C., Lamboo, L., Beniac, D. R., Booth, T.F., 2019, The scanning electron microscope in microbiology and diagnosis of infectious disease. *Scientific Reports*, 6, 26516.

- Gouveia, R., Antunes, J., Sobral, P., Amaral, L., 2018, In Microplastics from Wastewater Treatment Plants—Preliminary Data, Proceedings of the International Conference on Microplastic Pollution in the Mediterranean Sea, *Springer*, 53-57.
- Gross, N., Muhvich J., Ching, C., Gomez, B., Horvath, E., Nahum, Y., Zaman, M.H., 2025, Effects of microplastic concentration, composition, and size on *Escherichia coli* biofilm-associated antimicrobial resistance, *Applied Environmental Microbiology*, Vol. 91, No. 4
- Guan, J., Qi, K., Wang, J., Wang, W., Wang, Z., Lu, N., Qu, J., 2020, Microplastics as an emerging anthropogenic vector of trace metals in freshwater: Significance of biofilms and comparison with natural substrates, *Water Research*, 184, 116205.
- Gündoğdu, S., Mihai, F.C., Fischer, E.K., Blettler, M.C.M., Turgay, O.C., Akca, M.O., Aydoğan, B., Ayat, B., 2023, Micro and nano plastics in groundwater systems: A review of current knowledge and future perspectives. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 165, 117119.
- Gündoğdu, S., Çevik, C., Güzel, E., Kilercioğlu, S., 2018, Microplastics In Municipal Wastewater Treatment Plants In Turkey: A Comparison Of The Influent And Secondary Effluent Concentrations, *Environmental Monitoring and Assessment*, 190:626
- Habib, R. Z., Thiemann, T., & Al Kendi, R., 2021, Microplastics and Wastewater Treatment Plants—A Review, *Journal of Water Resource and Protection*, 12(1), 1–35.
- Hamidian, A. H., Ozumchelouei, E. J., Feizi, F., Wu, C., Zhang, Y., & Yang, M., 2021, A review on the characteristics of microplastics in wastewater treatment plants: A source for toxic chemicals. *Journal of Cleaner Production*, 295, 126480.
- Hidalgo-Ruz, V., Gutow, L., Thompson, R.C. & Thiel, M., 2012, Microplastics in the Marine Environment: A Review of the Methods Used for Identification and Quantification, American Chemical Society, *Environmental Science and Technology*, 46(6), 3060-75.
- Hidayaturrahman, H., Lee, T. G., 2019, A study on characteristics of microplastic in wastewater of South Korea: Identification, quantification, and fate of microplastics during treatment process. *Marine Pollution Bulletin*, 146, 696-702.
- Hu, L., Chernick, M., Hinton, D. E., Shi, H., 2018. Microplastics in small waterbodies and tadpoles from Yangtze River Delta, China. *Environmental Science & Technology*, 52(15), 8885–8893.
- Huang, Y., Qing, X., Wang, W., Han, G., Wang, J., 2020, Mini-review on current studies of airborne microplastics: Analytical methods, occurrence, sources, fate and potential risk to human beings. *Trends Anal. Chem.* 125, 115821.
- IBM Corp., 2012, IBM SPSS Statistics for Windows, Version 21.0. Armonk, NY: IBM Corp.
- Imhof, H.K., Laforsch, C., Wiesheu, A.C., Schmid, J., Anger, P.M., Niessner, R., Ivleva, N.P., 2016, Pigments And Plastic In Limnetic Ecosystems: A Qualitative And Quantitative Study On Microparticle Of Different Size Classes. *Water research* 98, 64–74.

- Imhof, H. K., Ivleva, N. P., Schmid, J., Niessner, R., Laforsch, C., 2013, Contamination of beach sediments of a subalpine lake with microplastic particles, *Current Biology*, 23(19), R867–R868.
- Judd, S., 2006, The MBR Book: Principles and Applications of Membrane Bioreactors in Water and Wastewater Treatment. *Elsevier*.
- Kaçar, A., Koçyiğit, A., 2013, Characterization of Heavy Metal And Antibiotic Resistant Bacteria Isolated From Aliaga Ship Dismantling Zone, Eastern Aegean Sea, Turkey. *International Journal of Environmental Research*, 7(4), 895–902.
- Kapakin, K. A. T., 2006, Scanning- Elektron Mikroskobu. Yüzüncü Yıl Üniversitesi Veteriner Fakültesi Dergisi, 17(1), 55-58.
- Käppler, A., Fischer, M., Scholz-Böttcher, B.M. ve diğ., 2018, Comparison of μ -ATR-FTIR spectroscopy and py-GCMS as identification tools for microplastic particles and fibers isolated from river sediments. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 410, 5313–5327.
- Käppler, A., Windrich, F., Lommatzsch, M., Urban, H. J., & Fischer, D., 2016, Identification of microplastics by FTIR and Raman microscopy: a novel silicon filter substrate opens the important spectral range below 1300 cm^{-1} for FTIR transmission measurements. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 408, 8377–8391.
- Kegl, T., Kosjek, T., Ojsteršek, N., 2020, Microplastics: Small but persistent threat to the environment and human health. *Environmental Pollution*, 267, 115640.
- Keller, A.S., Jimenez-Martinez, J., Mitrano, D.M., 2020, Transport of nano- and microplastic through unsaturated porous media from sewage sludge application. *Environmental Science & Technology*. 54, 911–920.
- Keswani, A., Oliver, D. M., Gutierrez, T., & Quilliam, R. S., 2016, Microbial hitchhikers on marine plastic debris: Human exposure risks at bathing waters and beach environments. *Marine Environmental Research*, 118, 10-19.
- Kesy, K., Oberbeckmann, S., Kreikemeyer, B., Labrenz, M., 2016. Spatial and temporal variation of *Vibrio* spp. in the Baltic Sea. *Frontiers in Microbiology*, 7, 224.
- Kimiran A., Arslan E.Ö., Yurudu N. Ö.S., Zeybek Z., Dogruoz N., Çotuk A., 2007, Isolation and Identification of *Enterococci* From Seawater Samples: Assement of Their Resistance to Antibiotics And Heavy Metal, *Enviromental Monitoring and Assessment*, 125, 219-228.
- Kirstein, I. V., Kirmizi, S., Wichels, A., Garin-Fernandez, A., Erler, R., Löder, M., & Gerdt, G., 2016, Dangerous hitchhikers? Evidence for potentially pathogenic *Vibrio* spp. On microplastic particles. *Marine Environmental Research*, 120, 1–8.
- Kurt, Z., Özdemir, A., James A.M.R., 2022, Effectiveness of microplastics removal in wastewater treatment plants: A critical analysis of wastewater treatment processes. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 10, 107831.

- Koelmans, A.A., Nor, N.H.M., Hermesen, E., Kooi, M. & Mintenig, S. M., De France, J., 2019, Microplastics in freshwaters and drinking water: Critical review and assessment of data quality, *Water Research*, 155, 410-422.
- Koon, M.A., Almohammed Ali, K., Speaker, R.M., McGrath, J.P., Linton, E.W., Steinhilb, M.L., 2019, Preparation of Prokaryotic and Eukaryotic Organisms Using Chemical Drying for Morphological Analysis in Scanning Electron Microscopy (SEM). *Journal of Visualized Experiments*, (143), e58761.
- Koyuncuoğlu, P., 2021, Kentsel Atıksu Arıtma Tesisi Kaynaklı Mikroplastik Kirlilik Profiline Belirlenmesi: Denizli İli Örneği, Doktora Tezi, Pamukkale Üniversitesi.
- Kwon, J.-H., Kim, J.-W., Pham, T. D., Tarafdar, A., Hong, S., Chun, S.-H., Lee, S.-H., Kang, D.-Y., Kim, J.-Y., Kim, S.-B., & Jung, J., 2020, Microplastics in Food: A Review on Analytical Methods and Challenges. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 17(18), 6710.
- Ladewig, S.M., Bao, S., Chow, A.T., 2015, Natural Fibers: A Missing Link To Chemical Pollution Dispersion in Aquatic Environments, *Environmental Science & Technology*, 49(21), 12609–10.
- Lares, M., Ncibi, M.C. & Sillanpaa, M., 2018, Occurrence, Identification And Removal Of Microplastic Particles And Fibers In Conventional Activated Sludge Process And Advanced Mbr Technology, *Water Research* 133, 236-246.
- Laskar, N., Kumar, U., 2019, Plastics and microplastics: A threat to environment. *Environ. Technol. Innov.*, 14, 100352.
- Leslie, H.A., Brandsma, S.H., van Velzen, M.J.M., Vethaak, A.D., 2017, Microplastics En Route: Field Measurements In The Dutch River Delta And Amsterdam Canals, Wastewater Treatment Plants, North Sea Sediments And Biota, *Environment International*, 101, 133-142.
- Lattin, G. L., Moore, C. J., Zellers, A. F., Moore, S. L., Weisberg, S. B., 2004. A comparison of neustonic plastic and zooplankton at different depths near the southern California shore. *Marine Pollution Bulletin*, 49(4), 291–294.
- Li, J., Zhang, K., Zhang, H., 2018, Adsorption of antibiotics on microplastics. *Environmental Pollution*, 237, 460-467.
- Li, W., Zhang, Y., Wang, X., 2020, Microplastics as vectors for pathogen transport in aquatic systems. *Environmental Science & Technology*, 54(12), 7115-7123.
- Lin, L., Tang, S., Wang, X., Sun, X., Yu, A., 2021, Hexabromocyclododecane alters malachite green and lead (II) adsorption behaviours onto polystyrene microplastics: Interaction mechanism and competitive effect. *Chemosphere*, 265, 129079.

- Liu, S., Shi, J., Wang, J., Dai, Y., Li, H., Li, J., Liu, X., Chen, X., Wang, Z., Zhang, P., 2021, Interactions Between Microplastics and Heavy Metals in Aquatic Environments: A Review, *Frontiers in Microbiology*, 12, 652520.
- Liu, S., Chen, H., Wang, J., Su, L., Wang, X., Zhu, J. and Lan, W., 2021, Ecotoxicology and Environmental Safety The distribution of microplastics in water , sediment , and fish of the Dafeng River, a remote river in China. *Ecotoxicology and Environmental Safety*., 228, 113009.
- Liu, K., Wang, X., Fang, T., Xu, P., Zhu, L., Li, D., 2019, Source and potential risk assessment of suspended atmospheric microplastics in Shanghai. *Science of the Total Environment*, 675, 462–471.
- 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, *Environmental Science & Technology* is published by the American Chemical Society.
- Löder, M. G. J., Kuczera, M., Mintenig, S., Lorenz, C., Gerdts, G., 2015, Focal plane array detector-based micro-Fourier-transform infrared imaging for the analysis of microplastics in environmental samples. *Environmental Chemistry*, 12(5), 563-581. <https://doi.org/10.1071/EN14205>
- Löder, M.G.J., Gerdts, G., 2015, Methodology used for the detection and identification of microplastics—A critical appraisal. *Marine Anthropogenic Litter*. Springer, Cham, 201–227.
- Lusher, A. L., Welden, N. A., Sobral, P., Cole, M., 2017, Sampling, isolating and identifying microplastics ingested by fish and invertebrates, *Analytical Methods*, 9(9), 1346–1360.
- MacFaddin, J. F., 2000, Biochemical Tests for Identification of Medical Bacteria (3rd ed.). *Williams & Wilkins*. ISBN: 978-0683039018
- Masura, J., Baker, J., Foster, G., Arthur, C., Herring, C., 2015, Laboratory methods for the analysis of microplastics in the marine environment: Recommendations for quantifying synthetic particles in waters and sediments. NOAA Technical Memorandum NOS-OR&R-48.
- Majewsky, M., Bitter, H., Eiche, E. and Horn, H., 2016, Determination of microplastic polyethylene (PE) and polypropylene (PP) in environmental samples using thermal analysis (TGA-DSC), *Sci. Total Environ.*, 568, 507–511.
- Michielssen, M. R., Michielssen, E. R., Ni, J., & Duhaime, M. B., 2016, Fate of microplastics and other small anthropogenic litter (SAL) in wastewater treatment plants depends on unit processes employed, *Environmental Science: Water Research & Technology*, 2(6), 1064–1073.

- Mintenig, S. M., M. Kooi, M.W. Erich, S. Primpke, P.E. Redondo- Hasselerharm, S.C. Dekker, A.A. Koelmans, A.P., van Wezel, A. P., 2020, A systems approach to understand microplastic occurrence and variability in Dutch riverine surface waters, *Water Research*, 176, 115723, ISSN 0043-1354,
- Mintenig, S. M., Löder, M. G. J., Primpke, S. & Gerdt G., 2019, Low Numbers Of Microplastics Detected In Drinking Water From Ground Water Sources, *Science of the Total Environment*, 648, 631-635.
- Mintenig, S. M., Int-Veen, I., Löder, M. G. J., Primpke, S., & Gerdt G., 2017, Identification of microplastic in effluents of waste water treatment plants using focal plane array-based micro-Fourier-transform infrared imaging, *Water Research*, 108, 365–372.
- Mohana, A.A., Farhad, S.M., Haque, N., Pramanik, B.K., 2021. Understanding the fate of nano-plastics in wastewater treatment plants and their removal using membrane processes. *Chemosphere*, 284, 131430.
- Mortari, A., Lorenzelli, L., 2014, Recent sensing technologies for pathogen detection in milk: A review, *Biosensors and Bioelectronics*, 60, 8-21.
- Munno, K., De Frond, H., O'Donnell, B., Rochman, C. M., 2020, Increasing the Accessibility for Characterizing Microplastics: Introducing New Application-Based and Spectral Libraries of Plastic Particles. *Analytical Chemistry*, 92(3), 2443–2451.
- Munno, K., Helm, P. A., Jackson, D. A., Rochman, C., Sims, A., 2017, Impacts of temperature and selected chemical digestion methods on microplastic particles, *Environmental Toxicology and Chemistry*.
- Murphy, F., Ewins, C., Carbonnier, F., Quinn, B., 2016, Wastewater treatment works (WWTW) as a source of microplastics in the aquatic environment. *Environmental Science & Technology*, 50(11), 5800-5808.
- Nghiem, L.D., Schäfer, A. I., & Elimelech, M., 2005, Removal of natural hormones by nanofiltration membranes. *Environmental Science & Technology*, 39(17), 5962–5969.
- Nguyen, J.N.T., Harbison, A. M., 2017, Scanning electron microscopy preparation and imaging, *Methods Molecular Biology*, 1606, 71-84.
- Nikara, S., Ahmadi, E., Alavi Nia, A., 2020, Effects of different preparation techniques on the microstructural features of biological materials for scanning electron microscopy. *Journal of Agriculture and Food Research*, 2, 100036.
- Nor, N. H. M., & Obbard, J. P., 2014, Microplastics in Singapore's coastal mangrove ecosystems, *Marine Pollution Bulletin*, 79(1–2), 278–283.
- Norén, F., 2007, Small plastic particles in Coastal Swedish waters. KIMO Report. 1-11.

- Nuelle, M.T., Dekiff, J.H., Remy, D., Fries, E., 2014, A new analytical approach for monitoring microplastics in marine sediments, *Environmental Pollution*, 184, 161-169.
- NX Filtration, 2021, Direct nanofiltration (dNF) technology for water treatment, <https://www.nxfiltration.com/technology>
- OECD Guideline For Testing Of Chemicals., 2001, Simulation Test- Aerobic Sewage Treatment.
- Okoffo, E. D., O'Brien, S., O'Brien, J. W., Tschärke, B. J., Thomas, K. V., 2019, Wastewater treatment plants as a source of plastics in the environment: A review of occurrence, methods for identification, quantification and fate, *Environ. Sci. Water Res. Technol.*, 5 (11), 1908–1931
- Oliveira, M., Ribeiro, A., Hylland, K., Guilhermino, L., 2013, Single and combined effects of microplastics and pyrene on juveniles (0+ group) of the common goby *Pomatoschistus microps* (Teleostei, Gobiidae). *Ecological Indicators*. 34, 641–647.
- Onyedibe, V., Kakar, F.L., Okoye, F., Elbeshbishy, E., Hamza, R., 2023, Chapter 2 - Sources and occurrence of microplastics and nanoplastics in the environment. *Current Developments in Biotechnology and Bioengineering*, 33-58.
- Ophorst, M., de-Grooth, J., Heijman, S.G.J., Vaudevire, E.M.H., Jafari, M., 2024, Operation and performance analysis of direct hollow fiber nanofiltration: A pilot study at IJsselmeer, *Separation and Purification Technology*, 349, 127786.
- Oßmann, B.E., Sarau, G., Holtmannspötter, H., Pischetsrieder, M., Christiansen, S.H., Dicke, W., 2018, Small-sized microplastics and pigmented particles in bottled mineral water. *Water Research*, 141, 307–316.
- ÖkoteK Çevre Teknolojisi ve Kimya Sanayi A.Ş., 2021, Atıksu Laboratuvarı Çalışmaları, İstanbul, Türkiye. www.okotek.com.tr
- Panno, S.V., Kelly, W.R., Scott, J., Zheng, W., McNeish, R.E., Holm, N., Hoellein, T.J., Baranski, E.L., 2019, Microplastic contamination found in karst groundwater systems. *Groundwater*, 57, 189–196.
- Park, S. H. ve diğ., 2020, Development of low-pressure dNF membranes for organic micropollutant removal. *Separation and Purification Technology*, 231, 115929.
- Pellegrini, C., Saliu, F., Bosman, A., Sammartino, I., Raguso, C., Mercorella, A., Galvez, D.S., Petrizzo, A., Madricardo, F., Lasagni, M., Clemenza, M., Trincardi, F., Rovere, M., 2023, Hotspots of microplastic accumulation at the land-sea transition and their spatial heterogeneity: The Po River prodelta (Adriatic Sea). *Science of The Total Environment*. 895,164908.
- Picó, Y., Barceló, D., 2019, Analysis and prevention of microplastics pollution in water: Current perspectives and future directions. *ACS Omega*, 4(4), 6709–6719.

- Pivokonský, M., Pivokonská, L., Novotná, K. & Čermáková, L. M., 2020, Occurrence and fate of microplastics at two different drinking water treatment plants within a river catchment, *Science of the Total Environment*.
- Pivokonský, M., Cermakova, L., Novotna, K., Peer, P., Cajthaml, T., Janda, V., 2018, Occurrence of microplastics in raw and treated drinking water, *Science of The Total Environment*, 643, 1644-1651.
- Prata, J. C., da Costa, J. P., Lopes, I., Duarte, A. C., & 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.
- Prajapati, S., Beal, M., Maley, J., Brinkmann, M., 2021, Qualitative and Quantitative Analysis of Microplastics and Microfiber Contamination in Effluents Of The City Of Saskatoon Wastewater Treatment Plant. *Environmental Science and Pollution Research*, 28(21).
- Primpke, S., Cross, R. K., Mintenig, S. M., Simon, M., Vianello, A., Gerdts, G., Vollertsen, J., 2020, Toward the Systematic Identification of Microplastics in the Environment: Evaluation of a New Independent Software Tool(siMPle) for Spectroscopic Analysis, *Sage Journals*, 74(9).
- Priyanka, G.M. and Udayashankara, T.H., 2018, Methodology for Sampling , Purification , Extraction and Identification of Microplastic - A Review". *International Journal of Scientific Research.*, 7 (1), 2016–2019 (2018).
- Ragusa, A., Svelato, A., Santacroce, C., Catalano, P., Notarstefano, V., Carnevali, O., 2021, Plasticenta: First evidence of microplastics in human placenta. *Environment International*, 146, 106274
- Ramasamy, D.L., Nguyen, T.V., 2021, Direct nanofiltration as a low-pressure advanced filtration system for microplastic removal. *Journal of Environmental Chemical Engineering.*, 9(5), 106103.
- Reimer, L., 1998, Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis. Springer, Berlin.
- Rhodes, C. J., 2018, Plastic pollution and potential solutions. *Science Progress -Uk*, 101(3), 207-260.
- Rochman, C. M., Brookson, C., Bikker, J., Djuric, N., Earn, A., Bucci, K., Athey, S., Huntington, A., McIlwraith, H., Munno, K., Frond, H. D., Kolomijeca, A., Erdle, L., Grbic, J., Bayoumi, M., Borrelle, S. B., Wu, T., Santoro, S., Werbowski, L. M., Zhu, X., Giles, R. K., Hamilton, B. M., Thaysen, C., Kaura, A., Klasios, N., Ead, L., Kim, J., Sherlock, C., Ho, A., Hung, C., 2019, Rethinking microplastics as a diverse contaminant suite. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 38(4), 703-711.
- Rodrigues, M.O., Abrantes, N., Gonçalves, F.J.M., Nogueira, H., Marques, J.C., Gonçalves, A.M.M., 2019, Impacts of plastic products used in daily life on the environment and human health: What is known? *Environmental Toxicology and Pharmacology*, 72, 103239.

- Romera-Castillo, C., Pinto, M., Langer, T.M., Álvarez-Salgado, X.A., Herndl, G.J., 2018. Dissolved organic carbon leaching from plastics stimulates microbial activity in the ocean. *Nature Communications*, 9(1), 1430.
- Rosato, A., Barone, M., Negroni, A., Brigidi, Fabio Fava, F., Xu, P., Candela, M., Zanaroli, G., Microbial colonization of different microplastic types and biotransformation of sorbed PCBs by a marine anaerobic bacterial community, *Science of The Total Environment*, 705, 135790.
- Rout, P.R., Mohanty, A., Aastha, Sharma, A., Miglani, M., Liu, D., Varjani, S., 2022, Micro- and nanoplastics removal mechanisms in wastewater treatment plants: A review. *Journal of Hazardous Materials Advances*, 6, 100070.
- Ruffell, H., Pantos, O., Northcott, G. and Gaw, S., 2021, Wastewater treatment plant effluents in New Zealand are a significant source of microplastics to the environment". *N. Z. J. Marine Freshwater Research*, 1–17.
- Rutten, S. B., Ojobe, B. L., Hernández Leal, L., de Grooth, J., Roesink, H. D. W., Bartacek, J., Schmitt, H., 2023, Evaluation of membrane integrity monitoring methods for hollow fiber nanofiltration membranes: Applicability in gray water reclamation systems. *ACS ES&T Water*, 3(12), 3884–3892.
- Sangkham, S., Faikhaw, O., Munkong, N., Sakunkoo, P., Arunlertaree, C., Murthy, C., Mousazadeh, M., Tiwari, A., 2022, A review on microplastics and nanoplastics in the environment: Their occurrence, exposure routes, toxic studies, and potential effects on human health. *Marine Pollution Bulletin*, 181, 113832.
- Schymanski D., Goldbeck C., Humpf H. U., Fürst P., 2018, Analysis of microplastics in water by micro-Raman spectroscopy: Release of plastic particles from different packaging into mineral water. *Water research*, 129, 154-162.
- Sharma, V. K., Ma, X., Lichtfouse, E., Robert, D., 2020, Nanoplastics are potentially more dangerous than microplastics. *Environmental Chemistry Letters*, 18(6), 2173–2177.
- Shen, M., Zeng, Z., Wen, X., Ren, X., Zeng, G., Zhang, Y., Xiao, R., 2021, Presence of microplastics in drinking water from freshwater sources: the investigation in Changsha, China. *Environmental Science and Pollution Research*, 28, 42313–42324.
- Sheridan, E.A., Fonvielle, J.A., Cottingham, S., Zhang, Y., Dittmar, T., Aldridge, D., Tanentzap, A. J., 2022, Plastic pollution fosters more microbial growth in lakes than natural organic matter, *Nature Communications*, (13), 4175.
- Shim, W. J., Hong, S. H. and Eo, S. E., 2017, Identification methods in microplastic analysis: A review". *Analytical Methods*, 9 (9), 1384–1391.
- Siipola, V., Vehmas, T., Ranta, J., Vahala, R., 2020, Removal of microplastics from drinking water by coagulation: Influence of polymer type and natural organic matter. *Journal of Water Process Engineering*, 38, 101654.

- Sun, J., Dai, X., Wang, Q., van Loosdrecht, M. C. M., Ni, B. J., 2019, Microplastics in wastewater treatment plants: Detection, occurrence and removal. *Water Research*, 152, 21-37.
- Sun, X., Chen, B., Li, Q., Liu, N., Xia, B., Zhu, L., Qu, K., 2018, Toxicities of polystyrene nano- and microplastics toward marine bacterium *Halomonas alkaliphila*. *Science of The Total Environment*, 642, 1378-1385.
- Sutton, R., Mason, S.A., Stanek, S.K., Willis-Norton, E., Wren, I.F., Box, C., 2016, Microplastic contamination in the San Francisco Bay, California, USA. *Mar Pollut Bull.* 15;109(1) 230-235.
- Silva, A. B., Bastos, A. S., Justino, C. I. L., da Costa, J. P., Duarte, A. C. and Rocha-Santos, T. A. P., 2018, Microplastics in the environment: Challenges in analytical chemistry - A review". *Anal. Chim. Acta*, 1017, 1–19.
- Sivri, N., 2017, Gram negatif bakterilerin antibiyotik direnç mekanizmaları. *İstanbul Üniversitesi Su Bilimleri Dergisi*, 10(1), 22-35.
- Skaf, D.W., Punzi, V.L., Rolle, J.T., Kleinberg, K.A., 2020, Removal of micron-sized microplastic particles from simulated drinking water via alum coagulation, *Chemical Engineering*, 386 (2020), 123807.
- Sol, D., Laca, A., & Laca, A., 2021, Microplastics in wastewater treatment plants: A review of the occurrence, removal and impact on microbial communities. *Science of The Total Environment*, 758, 143633.
- Tagg, A. S., Sapp, M., Harrison, J. P., Ojeda, J. J., 2015, Identification and quantification of microplastics in wastewater using focal plane array-based reflectance micro-FT-IR imaging. *Analytical chemistry*, 87(12), 6032-6040.
- Talvitie, J., Mikola, A., Koistinen, A., & Setälä, O., 2017, Solutions to microplastic pollution – Removal of microplastics from wastewater effluent with advanced wastewater treatment technologies, *Water Research*, 123, 401–407
- Talvitie, J., Heinonen, M., Pääkkönen, J-P., Vahtera, E., Mikola, A., Setälä, O., Vahala, R., 2015, Do wastewater treatment plants act as a potential point source of microplastics? Preliminary study in the coastal Gulf of Finland, Baltic Sea, *Water Science and Technology*, 72, 1495-1504.
- Tang, C. Y., Kwon, Y.-N., & Leckie, J. O., 2007, Probing the nano- and micro-scales of reverse osmosis membranes – a comprehensive characterization. *Journal of Membrane Science*, 287(1), 146–156.
- Taylor, J. R., 2019, *An Introduction to Error Analysis: The Study of Uncertainties in Physical Measurements* (3rd ed.). University Science Books.

- Ter Halle, A., Jeanneau, L., Martignac, M., ve diğ., 2017, Nanoplastics in the North Atlantic Subtropical Gyre. *Environmental Science & Technology*, 51(23), 13689–13697.
- Thompson, R. C., Olsen, Y., Mitchell, R.P., Davis, A., Rowland, S.J., John, A.W.G., McGonigle, D., Russell, A.E., 2004, Lost at Sea: Where Is All the Plastic? *Science*, 304,
- Tofa, T.S., Kunjali, K.L., Paul, S., Dutta, J., 2019, Visible light photocatalytic degradation of microplastic residues with zinc oxide nanorods, *Environmental Chemistry Letters*, 17, 1341–1346.
- Tong, M., He, L., Rong, H., Li, M., Kim, H., 2020, Transport behaviors of plastic particles in saturated quartz sand without and with biochar/Fe₃O₄-biochar amendment, *Water Research*, 169, 115284.
- Toussaint, B., Raffael, B., Angers-Loustau, A., Gilliland, D., Kestens, V., Petrillo, M., Rio-Echevarria, I. M., den Eede, G. V., 2019, Review of micro- and nanoplastic contamination in the food chain, *Food Additives & Contaminants: Part A*, 36:5, 639-673.
- Triebkorn, R., Braunbeck, T., Grummt, T., Hanslik, T., Huppertsberg, S., Jekel, M., Knepper, T.P., Kraus, S., Müller, Y.K., Pittroff, M., Ruhl, A.S., Schmieg, H., Schür, C., Strobel, C., Wagner, M., Zumbülte, N., Köhler, H.R., 2019, Relevance of nano- and microplastics for freshwater ecosystems: A critical review. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. 110, 375-392.
- TUBİTAK-MAM Başkan Yardımcılığı Yaşam Bilimleri, 2024, KBRN Savunma Teknolojileri Araştırma Grubu, Kocaeli.
- U.S. Environmental Protection Agency (EPA), 2016, Definition and Procedure for the Determination of the Method Detection Limit, Revision 2 (EPA 821-R-16-006), Office of Water, Yürürlük: Mart 2017, Appendix C: Laboratory Reporting Limits, 21–23.
- Wang, W., Wang, J., 2018, Investigation of microplastics in aquatic environments: An overview of the methods used, from field sampling to laboratory analysis, *Trends in Analytical Chemistry*.
- Wcisło, R., Chróst, R. J., 2000, Bacterial secondary production and bacterial biomass in four Mazurian lakes of different trophic status. *Polish Journal of Environmental Studies*, 9(4), 255–266.
- Xu, G., Cheng, H., Jones, R., Feng, Y., Gong, K, Li, K., Fang, X., Tahir, M.A., Valev, V.K., Zhang, L., 2020, Surface-Enhanced Raman Spectroscopy Facilitates the Detection of Microplastics <1 µm in the Environment. *Environmental Science and Technology*, ACG Publication.
- Van Cauwenberghe, L., Vanreusel, A., Mees, J., Janssen, C. R., 2013, Microplastic pollution in deep-sea sediments, *Environmental Pollution*, 182, 495–499.

- Yan, Z., Liu, Y., Zhang, T., Zhang, F., Ren, H., Zhang, Y., 2024, Biofilm formation on microplastics in aquatic environments: A critical review of interactions, mechanisms, and impacts. *Water Research*, 248, 120858.
- Zettler, E. R., Mincer, T. J., Amaral-Zettler, L. A., 2013, Life in the “plastisphere”: Microbial communities on plastic marine debris. *Environmental Science & Technology*, 47(13), 7137–7146.
- Zhang, C., Chen, X., Wang, J., Tan, L., 2017, Toxic effects of microplastic on marine microalgae *Skeletonema costatum*: interactions between microplastic and algae. *Environmental Pollution*. 220, 1282-1288.
- Zhang, Q., Zhao, Y., Du, F., Cai, H., Wang, G., Shi, H., 2020, Microplastic fallout in different indoor environments, *Environmental Science and Technology*, 54, 6530–6539.
- Zhang, Y., Diehl, A., Lewandowski, A., Gopalakrishnan, K., Baker, T., 2021. Removal efficiency of micro- and nanoplastics (180 nm–125 µm) during drinking water treatment. *Science of the Total Environment*, 797, 148975.
- Zhao, S., Zhu, L., Li, D., 2017. Characterization of small plastic debris on tourism beaches around the South China Sea, *Regional Studies in Marine Science*, 16, 84–90.
- Zhou, X., Wang, J., Li, H., Zhang, H., Zhang, D., 2021, Superabsorbent polymer degradation and microplastic formation in soil: Mechanisms and environmental implications. *Journal of Hazardous Materials*, 416, 125747.
- Ziajahromi, S., Neale, P.A., Telles Silveira, I., Chua, A. and Leusch, F.D.L., 2021, An audit of microplastic abundance throughout three Australian wastewater treatment plants, *Chemosphere*, 263, 128294.
- Zorbozan, H. ve Kimiran, A., 2022, Detection of beta-lactam antibiotic resistance in aquatic Enterobacteriaceae isolates. *Water Supply*, 22(12), 8557

EKLER

EK 1. DENEYLERDE KULLANILAN BESİYERLERİ VE KİMYASAL MADDELER

Nutrient Broth (Merck 1.0544 500 g)

Nutrient Buyyon.....8 g

Steril distile su.....1000 ml

8 g Nutrient Buyyon, 1000 mL steril distile su içerisinde tamamen çözüldükten sonra, deney tüplerine paylaştırılmış ve 121°C'de 15 dakika otoklavlanarak sterilize edilmiştir (Bilgehan, 2004).

Endo Agar Besiyeri (Merck 1.04044 500g)

Endo Agar.....39 g

Steril distile su.....1000 ml

39 g Endo Agar, 1000 mL steril distile su içinde homojen bir çözelti elde edilene kadar ısıtma yoluyla çözüldürülmüştür. Hazırlanan karışım, 121°C'de 15 dakika boyunca otoklavlanarak sterilizasyon işlemi uygulanmıştır (Çardak, 2009).

Nutrient Agar (Merck 1.054500 500g)

Nutrient Agar.....28 g

Steril distile su.....1000 ml

Toplam heterotrofik aerobik bakteri (HAB) sayımı için, 28 g/l dehidre nutrient agar, 1 000 ml steril distile suda çözüldürülüp 121 °C'de 15 dk otoklavlandı; 50 °C'ye soğutulduktan sonra steril Petri kaplarına dökülerek katılaştırıldı (Çardak, 2009).

EC Broth (Merck 1.10765 500g)

EC Broth 37 g

Steril distile su.....1000 ml

37 g EC Broth tozu, 1000 ml steril distile su içerisinde tamamen çözülerek homojen hale getirilmiştir. Elde edilen besiyeri, sterilite koşullarının sağlanması amacıyla 10 ml'lik aliquotlar hâlinde deney tüplerine dağıtılmış ve 121 °C'de 15 dakika boyunca otoklavda sterilize

edilmiştir. Hazırlanan EC Broth besiyeri, Endo Agar üzerinde gelişen ve *E. coli* şüphesi taşıyan kolonilerin doğrulanması amacıyla, seçici zenginleştirme ortamı olarak kullanılmıştır. EC Broth'ta gerçekleşen gaz üretimi ve türbidite artışı, *E. coli* varlığının ön belirteci olarak değerlendirilmiştir (APHA, 2017).

Triptofan Broth (Merck 1.10694 500g)

Tryptone Broth..... 10 g
Sodyum klorür (NaCl) 5 g
Steril distile su.....1000 ml

10 g Tryptone Broth (Merck) 1000 ml steril distile suda tamamen çözündürülmüştür. Hazırlanan ortam pH 7.2 ± 0.2 ye ayarlanmış sonra deney tüplerine dağıtılarak (5ml), 121°C'de 15 dakika sterilize edilmiştir. Tryptone içeriği sayesinde ortam, bakterilerin triptofan metabolizmasını aktive ederek indol üretimi değerlendirilmesine olanak sağlamaktadır (MacFaddin, 2000; APHA, 2017).

Kovacs Reaktifi (Merck 1.09293 100ml)

Kovac Reaktifi Kullanıma hazır sıvı form

Indol testi sırasında, inkübasyon süresi sonunda triptofan içeren besiyerlerine 1-1.5 ml Kovacs reaktifi eklenmiştir. Merck firmasından hazır sıvı formda temin edilen reaktif, herhangi bir ön hazırlık gerektirmeksizin doğrudan kullanılmıştır (APHA, 2017).

MR-VP Broth (Merck 1.05712 500g)

MR-VP Broth (Merck) 17 g
Steril distile su.....1000 ml

17 g MR-VP Broth, 1000 ml steril distile suda tamamen çözündürülmüştür. Hazırlanan ortam pH 6.9 ± 0.2 'ye ayarlanmış sonra deney tüplerine dağıtılarak (5ml) 121 °C'de 15 dakika süreyle otoklavda sterilize edilmiştir. Bu besiyeri, Metil Kırmızısı (MR) testi için kullanılmıştır (APHA, 2017).

Metil Kırmızı Reaktifi (Merck 1.06076 25g)

Metil Kırmızısı.....0,1 g

Etanol (95%) 300 ml

0.1 g Metil Kırmızısı, 300 ml %95'lik etanol içerisinde tamamen çözülene kadar karıştırılmıştır. Hazırlanan reaktif, ışık geçirmeyen kahverengi bir şişede saklanarak, kullanım öncesine kadar +4°C'de muhafaza edilmiştir. (APHA, 2017).

McFarland 0,5 Bulanıklılık Standardı

%1 Baryum klorür çözeltisi (BaCl_2) 0,5ml

%1 H_2SO_4 9,5 ml

Steril distile su.....100 ml

İlk olarak 1 gram baryum klorür (BaCl_2), 100 mililitre saf suda çözülerek %1'lik BaCl_2 çözeltisi elde edilmiştir. Ayrıca, %93 saflıkta ve 1,84 g/ml yoğunluğa sahip derişik sülfürik asitten (H_2SO_4) 1,1 ml alınarak, 100 mL steril distile su ile seyreltilmiş ve bu şekilde %1'lik H_2SO_4 çözeltisi hazırlanmıştır. McFarland 0,5 bulanıklık standardını oluşturmak için cam bir deney tüpüne sırasıyla %1'lik BaCl_2 çözeltisinden 0,5 mL ve %1'lik H_2SO_4 çözeltisinden 9,5 mL eklenerek homojen bir karışım sağlanmıştır (ANON, 1999).

0,1 M Sodyum Fosfat Tamponu (pH 7,4)

$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ (Merck).....20,214 g

$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (Merck)..... 3,394 g

Steril distile su.....1000 ml

20,214 g sodyum fosfat dibazik heptahidrat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) ve 3,394 g sodyum fosfat monobazik monohidrat ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) tartılarak 800 ml distile suda çözülür. Çözeltinin pH'ı 7,4 olacak şekilde kontrol edilir. Ardından çözelti, distile su ile 1 L'ye tamamlanır ve ağzı kapalı bir şekilde +4°C'de saklanır (AAT Bioquest, 2023).

%2,5 Glutaraldehit Çözeltisi

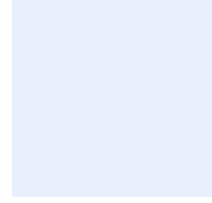
%25 Glutaraldehit çözeltisi (Merck) 2,5 ml

0,1 M Sodyum fosfat tamponu (pH 7,4) 22,5 ml

2,5 ml glutaraldehit çözeltisi, 22,5 ml 0,1M sodyum fosfat tamponu (pH 7,4) ile karıştırılarak toplam hacim 25 ml'ye tamamlanır. Hazırlanan %2,5 glutaraldehit çözeltisi, ağzı kapalı bir şekilde +4°C'de saklanır ve taze olarak kullanılır (AAT Bioquest, 2023).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler	
Adı Soyadı	Nilay BARLAS TURAN
Doğum Yeri	
Doğum Tarihi	Tarih girmek için tıklayın veya dokununuz.
Uyruğu	☒ T.C. ☐ Diğer:
E-Posta Adresi	
Web Adresi	



Eğitim Bilgileri	
Lisans	
Üniversite	İstanbul Üniversitesi
Fakülte	Su Bilimleri Fakültesi
Bölümü	Deniz Biyolojisi
Mezuniyet Yılı	2007

Yüksek Lisans	
Üniversite	İstanbul Üniversitesi
Enstitü Adı	Fen Bilimleri Enstitüsü
Anabilim Dalı	Temel Bilimler Anabilim Dalı
Programı	Deniz Biyolojisi Programı

Doktora	
Üniversite	İstanbul Üniversitesi
Enstitü Adı	Fen Bilimleri Enstitüsü
Anabilim Dalı	Deniz ve İçsu Kaynakları Yönetimi Anabilim Dalı
Programı	Deniz Biyolojisi Programı

Makale ve Bildiriler	
Barlas Turan, N., Altuğ, G., 2025, Dimensions of Bias Caused by the Use of Nylon Membrane Filters During Micro/Nanoplastic Analysis., <i>Fresenius Environmental Bulletin</i> , 34 (02-03),138-158.	
Barlas Turan, N., Altuğ, G., 2017, Biyolojik Atıksu Arıtma Sistemlerinde Atıksu Mikrobiyolojisi ve Mikrobiyolojik Analizlerle Proses Yönetimi: Atıksu Arıtma Tesisi İşletmecileri İçin El Kitabı, <i>Bilgi Döngüsel Hizmetler</i> , ISBN 978-605-82161-0-5.	
Barlas Turan, N., Altuğ, G., 2011, Remediation effects of adapted bacteria cultures on water quality: an example of petrochemical industry, <i>J. Black Sea/Mediterranean Environment</i> ,17(3),203-215.	