河川・湖沼マイクロプラスチック調査ガイドライン

令和５年３月

環境省水・大気環境局水環境課

目　　　　　次

1　はじめに 1
1.1　本ガイドラインの対象者 1
1.2　調査対象とするマイクロプラスチック 1
2　目的 2
2.1　調査の目的 2
2.2　調査・測定方法の概要 2
2.3　河川調査計画 3
2.3.1　調査地点の選定 3
2.3.2　調査時期の選定 3
2.3.3　調査地点における注意事項 3
2.4　湖沼調査計画 5
2.4.1　調査地点の選定 5
2.4.2　調査時期の選定 5
2.4.3　調査地点における注意事項 6
3　河川における試料の採取 7
3.1　概要 7
3.2　採取に用いる機材等 7
3.2.1　採取用ネット 7
3.2.2　ろ水計 8
3.2.3　ろ水計の仕様例 8
3.2.4　ろ水計の配置・固定方法 8
3.3　採取位置 9
3.3.1　採取用ネットの浸水深さ 9
3.3.2　採取位置による採取用ネットの沈め方 10
3.4　採取方法 11
3.4.1　採取準備 11
3.4.2　流速の測定 11
3.4.3　試料採取 11
3.4.4　夾雑物の除去 11
3.4.5　採取用ネットからの試料の移し替え 11
3.4.6　試料番号の記録 13
3.4.7　試料の保存 13
3.5　採取時の測定及び記録 14
3.5.1　対象項目 14
3.5.2　採取時の注意事項 15
4　湖沼における試料の採取 16
4.1　概要 16
4.2　採取に用いる器材等 16
4.2.1　採取用ネット 16
4.2.2　ろ水計 16
4.2.3　ろ水計の仕様例 16
4.2.4　ろ水計の配置・固定方法 16

4.2.5　使用船舶 17
4.2.6　船舶へのネットの取り付け位置 17
4.3　採取位置 17
4.3.1　採取用ネットの浸水深さ 18
4.4　採取方法 18
4.4.1　採取準備 18
4.4.2　試料採取 18
4.4.3　夾雑物の除去 19
4.4.4　採取用ネットからの試料の移し替え 19
4.4.5　試料番号の記録 19
4.4.6　試料の保存 19
4.5　採取時の測定及び記録 19
4.5.1　対象項目 19
4.5.2　採取時の注意事項 20
5　前処理方法 21
5.1　ネットによるろ過 21
5.1.1　概要 21
5.1.2　試薬、器具等 21
5.1.3　手順 21
5.2　酸化処理 22
5.2.1　概要 22
5.2.2　試薬、器具等 22
5.2.3　手順 22
5.3　比重分離 25
5.3.1　概要 25
5.3.2　試薬、器具等 25
5.3.3　手順 26
5.3.4　室内におけるコンタミネーションの確認 29
6　プラスチック候補粒子の分取 30
6.1　概要 30
6.2　器具等 30
6.3　手順 30
6.3.1　長径等の計測を目視により行う場合 30
6.3.2　画像処理により各粒子の長径等を計測する場合 31
6.4　プラスチック候補粒子の識別 32
6.5　プラスチック形状の分類 32
6.6　プラスチックの色分類 34
7　プラスチックの同定 38
7.1　フーリエ変換赤外分光光度計を用いた同定 38
7.1.1　概要 38
7.1.2　器具等 38
7.1.3　手順 38
7.1.4　注意事項 38
8　マイクロプラスチックの質量測定 43
8.1　試料中のマイクロプラスチック総質量の測定（任意） 43
8.1.1　概要 43

8.1.2　器具等 43
8.1.3　手順 43
9　測定結果のとりまとめ 44
9.1　マイクロプラスチックの測定結果のとりまとめ 44
9.2　調査結果のとりまとめ 44
9.3　調査結果の整理 45
参考1　調査結果の評価例 46
参考2　河川マイクロプラスチック調査ガイドライン作成の検討を行った検討会 50

1　はじめに

世界中の海域で5 mm未満の微細なプラスチック類（以下「マイクロプラスチック」という。）が確認され、海洋環境等への影響が懸念されている。我が国周辺海域においてもマイクロプラスチックが確認されており、発生源対策の検討が進められているところである。これらの検討のためには、陸域から海域へ流出するマイクロプラスチックの分布実態を把握することが必要である。

本ガイドラインは、陸域から海域への主な流出経路である河川や湖沼を対象に、河川・湖沼水中のマイクロプラスチックの分布実態を把握するための調査方法を定めるものである。また、調査により得られた河川・湖沼水中におけるマイクロプラスチックの分布実態を基に、地方自治体が関係機関や住民等と連携すること等により、マイクロプラスチックの発生源対策等が推進されることが期待される。

なお、本ガイドラインについては、科学的知見の集積等により必要に応じて適宜見直しを行うこととしている。

令和4年度のガイドラインの見直しでは、令和4年度河川・湖沼のマイクロプラスチック調査等業務の検討内容を踏まえ、令和3年度に公表した「河川マイクロプラスチック調査ガイドライン」に、湖沼の調査方法等の内容を加える見直しを行っている。

1.1　本ガイドラインの対象者

本ガイドラインは、河川・湖沼水中のマイクロプラスチックの分布実態の把握を実施する地方公共団体等やそれに協力する研究者・機関、事業者等を対象とする。

1.2　調査対象とするマイクロプラスチック

本ガイドラインは、河川・湖沼水中の5 mm未満のプラスチック片・繊維を対象とする。

なお、目開き0.3 mm程度のネットによる採取方法を用いていることから、1 mm未満のマイクロプラスチックに関する測定値等は、補足的な参考値とする。

また、5 mm以上のプラスチック片についても、河川・湖沼水中におけるプラスチック類の分布実態把握に資する可能性があることから、可能な限り記録しておくことを推奨する。

2　目的

2.1　調査の目的

陸域から海域へ流出するマイクロプラスチックのうち、河川・湖沼水中におけるマイクロプラスチックの分布実態を把握することを目的とする。

2.2　調査・測定方法の概要

河川・湖沼マイクロプラスチックの調査・測定方法の流れを図 2-1に示す。

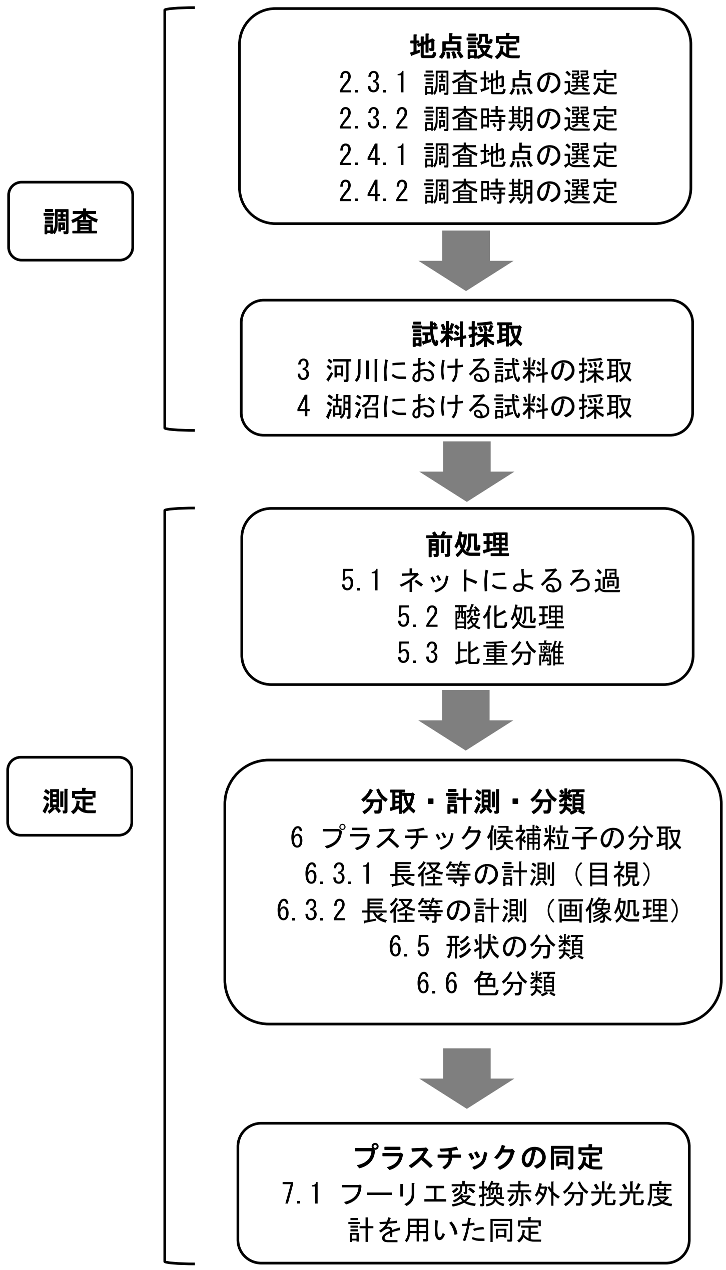


図 2-1　試料採取から測定の流れ

2.3　河川調査計画

2.3.1 調査地点の選定

①本ガイドラインでは、ネットを用いた試料採取を行うため、概ね0.3 m/s 以上の流速及び50 cm以上の水深が確保できる地点における調査を対象とし、水流によりネットが広がらない又はろ水計が回転しない地点は調査の対象としない。

②水質常時監視が実施されている環境基準点や補助点、水位測定が実施されている地点を調査地点の候補とする。河川全体におけるマイクロプラスチックの分布実態を把握することを目的とする場合は、当該河川の上流域、中流域及び下流域において、それぞれ1地点以上の地点を選定する。

③②のほか、プラスチックごみやマイクロプラスチックの河川流出の可能性が考えられる地点が、調査地点の候補となり得る。

調査地点を選定する際の例：

- 人口集中地区（DID）周辺の地点
- 高水敷に、多くの漂着プラスチックごみやマイクロプラスチックが分布している地点
- 環境基準点において生物化学的酸素要求量（BOD）、浮遊物質量（SS）の値が高い地点
- 支流や用水路が合流する地点等[I]

2.3.2 調査時期の選定

①試料の採取日は、水質調査方法（昭和46年9月30日環水管第30号）と同様、採取日前において比較的晴天が続き水質が安定している日を選ぶこと。調査日に先立つ7日間の採取地点の天候について記録すること。

②採取時刻については、調査地点が感潮域の場合、潮汐等を考慮の上設定し、海水が遡上しない、上流から下流へ流れている時間帯（例えば、干潮時及び引潮時）とする。

【参考】出水時調査

降雨等の出水時にはマイクロプラスチックの流出量が増加すると考えられるため、出水時において調査を実施する場合も考えられる。この場合は、降水量、水位を記録すること。

なお、調査の実施に当たっては、安全対策に留意し、立ち込み採取を行わないだけでなく、流量増加に伴うネットへの抗力の増大、大型流下物の増加に十分に注意する必要がある。

2.3.3 調査地点における注意事項

河川内で立ち入りによる調査を行う場合は、河川の一時使用申請等の必要な許認可（表 2-1）を、所定の管理者から取得する。

橋梁の上からロープで牽引して調査を行う際に道路の一部を占有する必要がある場合は、当該区域を所管する警察署に道路使用許可申請を提出し許可を得る。また警察署への申請には調査概要資料を提出する必要があるため準備する。

[I] Hale, R.H.; Seeley, M.E.; La Guardia, M.J.; Mai, L.; Zeng, E.Y. A.: Global Perspective on Microplastics. Journal of Geophysical Research: Ocean, 2020, 10.1029/2018JC014719

表 2-1　採取方法・河川分類ごとの関係書類・申請先

<table>
<tr><th>採取方法</th><th>調査員配置</th><th colspan="2">河川分類</th><th>申請先</th></tr>
<tr><td rowspan="2">橋梁・高水敷からの降下</td><td>橋梁</td><td colspan="2">なし</td><td>警察署</td></tr>
<tr><td rowspan="5">高水敷
・
低水路</td><td rowspan="2">一級河川</td><td>直轄区間</td><td>国土交通省 河川管理事務所</td></tr>
<tr><td rowspan="4">低水路への立ち入り</td><td>指定区間</td><td>都道府県(一部の区間は政令指定都市)</td></tr>
<tr><td colspan="2">二級河川</td><td>都道府県(一部の区間は政令指定都市)</td></tr>
<tr><td colspan="2">準用河川</td><td>市町村</td></tr>
<tr><td colspan="2">普通河川</td><td>市町村</td></tr>
</table>

＊各申請先によって受理されるまでの期間や必要書類が異なる。事前に各管理者に確認することが望ましい。

2.4　湖沼調査計画

2.4.1 調査地点の選定

①本ガイドラインでは、船舶に取り付けたネットを曳網して試料採取を行うため、船舶が安全に航行及び曳網できる水深が確保できる地点を調査の対象とし、座礁する恐れのある地点や障害物が多い地点は調査の対象としない（図 2-2）。また、使用する船舶によって船底と湖底の距離が異なるため、余裕のある水深が確保できる地点を事前に確認しておくことが望ましい。

図 2-2　障害物（水生植物）が多い地点の例

②水質常時監視が実施されている環境基準点や補助点、水位測定が実施されている地点を調査地点の候補とする。湖沼全体におけるマイクロプラスチックの分布実態を把握することを目的とする場合は、当該湖沼の湖心において、上記候補地点より3地点程度を選定する。

③②のほか、プラスチックごみやマイクロプラスチックの流入の可能性が考えられる地点が、調査地点の候補となり得る。ただし、流入する河川との合流地点や流入する河川水の影響を直接受ける地点は避けること。

調査地点を選定する際の例：

・環境基準点において化学的酸素要求量（COD）、浮遊物質量（SS）の値が高い地点
・人口集中地区（DID）周辺の地点
・湖岸に多くの漂着プラスチックごみやマイクロプラスチックが分布している地点
・人口集中地区（DID）の近傍を流れる河川が流入する地点

2.4.2 調査時期の選定

①試料の採取日は、水質調査方法（昭和46年9月30日環水管第30号）と同様、採取日前において比較的晴天が続き水質が安定している日を選ぶこと。調査日に先立つ7日間の採取地点の天候について記録すること。
②採取時刻については、水温や風向、風速の変化による湖沼水塊の流動現象を考慮の上設定すること。一方向からの風が連続して吹いていないなど湖沼の状態が安定している時間帯が望ましい。また、採取時刻を記録すること。

③特に水深の深い湖沼では季節性の停滞期と循環期で環境が著しく異なるため、両期の違いを考慮すること。

【参考】湖沼の流動現象[II]

湖沼では、風や熱、河川水・海水の流出入、引力、気圧等の外的要因と、湖底地形や、湖面積、水深等の内的要因の組み合わせにより様々な流れが発生する。それらには、日単位で起こるような短期的なものもあれば、季節単位で起こるような長期的なものもある。季節的な水温変化は湖沼の大規模な流動現象に関わっている。特に水深の深い湖沼では、一般的に、春先から秋にかけては表層の水温が上昇しやすく、表層に近いほど密度が低くなるため、水温成層が形成されやすいが（停滞期）、冬季は表層の水温が低下して密度が大きくなり、下の層に潜り込むため、鉛直方向の大循環が発生しやすい（循環期）。

2.4.3 調査地点における注意事項

湖沼内で調査を行う際は、必要な許認可を湖沼の管理者から取得する。船舶を湖沼に下ろす際、公園や道路を使用する場合は、公園や道路を使用するために必要な許認可も取得すること。なお、湖沼に流れ込む河川を調査するには別途許認可が必要な場合があるため注意すること。

[II] 国土交通省. “第 1 章 湖沼の水理・水質現象”. 国土交通省. https://www.mlit.go.jp > kosyo > tec > pdf > 1.pdf, (参照2023-03-08)

3　河川における試料の採取

3.1　概要

河川水中からマイクロプラスチックを含む試料の採取を行う。

3.2　採取に用いる機材等

3.2.1 採取用ネット

採取用ネットとして、プランクトンネットを用いる。

一般に市販されている河川や湖沼等で水中のプランクトンを採集する際に用いる口径30 cmの短円錐型のプランクトンネット（目開きの大きさは0.3 mm程度）の開口部にろ水計、ネットの末端にゴムや金属製の底管（コッドエンド）を取り付ける。また、ネットが均等に広がるよう、底管（コッドエンド）付近に浮き（フロート）を取り付ける。

図 3-1 プランクトンネットの例

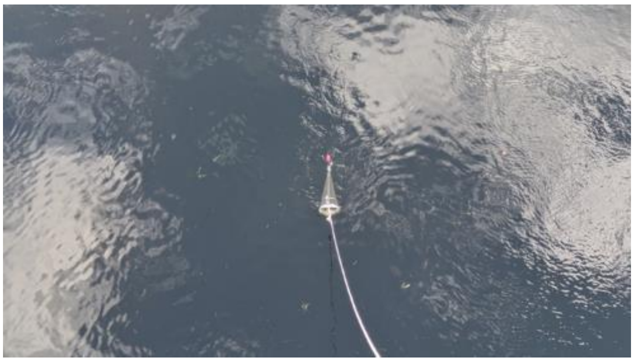


図 3-2 プランクトンネットを使用した調査の例

【参考】角型ネット

・底生生物等を採集する際に用いる角型ネットを改造した採取用ネット
・角型の枠に0.3 mm程度の目開きのネットを張り、ネット底部に金属製の底管（コッドエンド）を取り付ける。
・以下のとおり特注する必要があり、価格はプランクトンネットよりも高くなる。

※市販されている主な角型ネット（開口部：30 cm×30 cm）は、目開きが大きく（0.475 mm）、「ネット開口比*」が小さいことから、マイクロプラスチックの採取に用いることはできない。マイクロプラスチックの採取には、目開き0.3 mm程度でネット長を以下の式で算出された長さとしたものを用いる必要がある。

＊ネット開口比：開口部面積に対する網地のろ過面積のこと。次式で表される。

（目開き0.3mmのネットで採取の場合、ネット開口比は3.6程度とする。）

$R = a\beta / A$

a：網地面積、β：網地開孔率、A：網口面積

また、網地開孔率は次式で表される。

$\beta = m^2 / (d + m)^2$

m：網目の幅、d：網糸の直径

（出典：海洋観測ガイドライン第4版　vol.6）

図 3-3 角型ネットの例

3.2.2 ろ水計

①採取用ネットの開口部に取り付け、採取用ネットを通過した水量（以下「ろ水量」という。）をローターの回転数から求める積算流量計である。

②使用開始前に、水流によりローターが正常に回転すること及びローターが外れないことを確認する。

3.2.3 ろ水計の仕様例

・河川における自然流水の調査においては、デジタルろ水計に低流速用ローターを接続したものを用いる。

・計測範囲

低流速用ローター：0.02～1.00 m/s

高流速用ローター：0.10～7.90 m/s

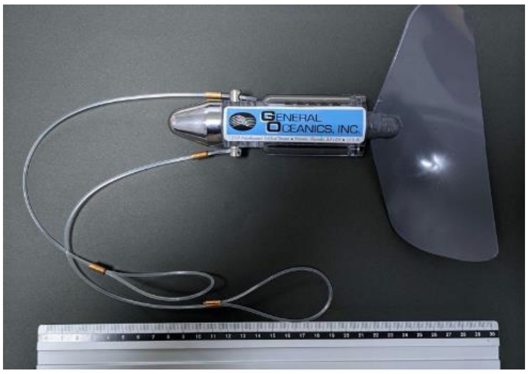


図 3-4　ろ水計及び低流速用ローター

・その他のろ水計

上記のデジタルろ水計以外にも、海洋でのプランクトン調査等に使用されるプランクトンネット用ろ水計（小型積算流量計）も存在する。

3.2.4 ろ水計の配置・固定方法

・ろ水計を採取用ネットの中央部に位置するように固定する。固定は非プラスチック製の紐もしくは金属フレーム等を使用して行う。

・調査中にローター部分が採取用ネットに触れないよう、ろ水計の先端が採取用ネットの外に数 cm 出る位置で調整する。

・材質がプラスチックのものは可能な限り使用しない(特にプラスチック製の紐は、プラスチック片の混入（以下「コンタミネーション」という。）のリスクが高いため使用しない)。

①紐による固定（**図 3-5**）

・ろ水計から3方向に紐を伸ばし採取用ネットに固定する。

・なお、ろ水計を安定して固定できるようであれば、必ずしも3方向で固定する必要はない

②金属フレームによる固定（**図 3-6**）

・金属製のフレームにより、ろ水計を採取用ネットの中心に安定して固定する。

・①による固定よりもろ水計の安定性を高め、採取用ネットにろ水計のローターが接触する可能性を減らすことができるため、ろ水量をより正確に測定できる。

・ただし、フレームは市販されていないため、採取用ネットに合わせて作製する必要がある。

図 3-5　①紐による固定の例

図 3-6　②金属フレームによる固定の例

3.3　採取位置

採取位置は、河川横断面内では、原則、河川の流心（最も流れの速い場所）を選定する。なお、川幅が広い調査地点では、3地点以上の採取位置（例：流心、右岸側から10 ｍの位置、左岸から10 ｍの位置）を設定することが望ましい。

採取位置では、橋梁の上から採取用ネットを降下するか、河川低水路内に立ち入って採取用ネットを浸水させる。

橋梁の上から採取用ネットを降下する場合は、採取用ネットの状態を観察しやすいように、橋の下流側に降ろすこととし、橋脚や中洲による乱流を避けるよう採取位置を調整する。なお、流心部での調査が難しい場合は、試料採取が可能な位置を適宜設定する。

右岸側もしくは左岸側を採取位置とした場合は、河岸からの距離を記録し、高水敷から落下する異物の混入を避けるため、可能な限り2～3 ｍ程度河岸から距離を取ることを推奨する。

河川低水路内に立ち入っての試料採取は、採取位置の水深が1 ｍ以下で足元が安定している場合に可能であり、採取用ネットの設置、ろ水計の回転状況を目視で確認しやすい。

3.3.1 採取用ネットの浸水深さ

採取用ネットの開口部を河川表面付近に全没させる(採取用ネットの開口部上部が水面直下に沈む程度)。

本ガイドラインでは河川水中のマイクロプラスチックの採取を目的としていることから、河床に堆積した粒子の混入をできる限り避けるため、採取用ネットの開口部上部を河川表面より深く沈めることは避ける。

図 3-7　採取用ネットを沈めている様子

3.3.2 採取位置による採取用ネットの沈め方

採取用ネットの開口部にロープを3点で固定する。

橋梁の上から試料採取を行う場合はロープを用いて河川まで下ろす。

河川低水路内に立ち入って試料採取する場合はロープを棒等に固定し河川に沈める。流速が遅く、棒に固定した試料採取が難しい場合は直接手で採取用ネットを沈めても良い。

図 3-8　プランクトンネット固定の例

図 3-9　橋梁の上からの調査風景

＊橋梁の上から試料採取を行う際、流速が遅く採取用ネットが浸水しにくい場合は、開口部の枠に固定しているロープを1本短くすると浸水しやすい。

図 3-10　河川低水路内へ立ち入っての採取風景

＊棒やロープを使用して河川上流側に調査員が立つ場合、調査員の立ち位置が採取用ネットへの河川水の流入に影響を与えないよう注意すること。

3.4　採取方法

3.4.1 採取準備

プラスチック破片や橋の欄干の塗料等が採取用ネットに混入しないよう作業場所の環境を整えるため作業場所にシートを敷く。また橋梁の上から試料採取を行う場合、欄干部分から落ちた塗装等が採取用ネットに混入することを防ぐため、欄干部分に布製のシートを巻くこと。なお、シートや欄干の保護材は、天然繊維の布等プラスチック製でないものを選択する。

使用する機材を確認し、ろ水計のローターがスムーズに回転するか、外れやすくなっていないか、ネットに破れやほつれがないか、異物の付着等がないか等を丁寧に確認する。

3.4.2 流速の測定

10 m^3以上のろ水量が得られるろ水時間の目安を設定するため、試料採取の前に流速を測定する。流速の測定には、採取用ネットから取り外したろ水計を、試料採取位置において1分間（60秒間）河川に沈め、ろ水計の前後の回転数を読み取り、流速を測定する。

図 3-11　ろ水計を使用した流速の測定

3.4.3 試料採取

採取用ネットの底管（コッドエンド）がしっかり閉まっていることを確認して河川に沈め、ろ水量が10～20 m^3となるまで保持する。採取用ネット自体の抵抗や目詰まりにより、3.4.2で測定した流速は一定とはならないため、計算上13～14 m^3程度のろ水量が得られる時間、採取用ネットを沈めることを推奨する。

必要なろ水時間が経過した後、採取用ネットを引き上げ、速やかにろ水計の回転数を記録する。ろ水計の回転数を読み取るまでは、風等によりろ水計のローターが回転しないよう注意する。

3.4.4 夾雑物の除去

引き上げた採取用ネットに、水草や枯れ葉、他の夾雑物が入っていた場合、河川水等を目開き0.1 mmのネットでろ過した水（以下「洗い水」という。）で、これらの夾雑物の表面を洗浄した後、除去する。

3.4.5 採取用ネットからの試料の移し替え

原則としては、現場におけるコンタミネーションを避けることができるため、試験室において採取用ネットからの試料の移し替えを行うことを推奨する。その場合、採取用ネットの外側から水道水をかけ、採取用ネット内の試料を底管（コッドエンド）に集め、試料保存容器に移す。底管（コッドエンド）に付着した試料は、少量の水道水をかけて試料保存容器に移す（図 3-12, 13）。また試料保存容器への移し替えの際は、容器内へのコンタミネーションが生じないよう配慮し、採取用ネット内の試料の取り残しにも注意する。なお、採取用ネットを試験室に持ち帰る際は、

布製のカバーを採取用ネットの開口部に取り付け、布製の袋に入れて試験室まで運搬する（図 3-14, 15）。
　複数のネットを用意できない場合には、現場での試料の移し替えを行う。この場合、水道水ではなく、洗い水で作業を行うこともできる（図 3-16）。


図 3-12　試料を底管（コッドエンド）に集めている様子


図 3-13　底管（コッドエンド）からの移し替えの様子


図 3-14　布カバーの例


図 3-15　布製の袋の例

目開き 0.1 mm のネットで河川水をろ過

（じょうろを用いる場合）

（霧吹きを用いる場合）

採取用ネットの外側から洗い水をかける

底管（コッドエンド）に集めた試料を試料保存容器へ移し替える

図 3-16　現場での試料の移し替えイメージ

3.4.6 試料番号の記録

試料保存容器に試料番号を付番する。

採取用ネットを試験室に持ち帰る場合は、事前に、採取用ネットを入れた袋に試料番号を付番する。

3.4.7 試料の保存

「5 前処理方法」以降の作業を試料採取日当日に行わない場合は、試料保存容器を冷蔵庫等において保管することとし、数日以内に「5 前処理方法」以降の作業を実施すること。

3.5　採取時の測定及び記録

3.5.1 対象項目

試料採取時に、下記の必須項目については必ず測定及び記録を行う。また、推奨項目は可能な範囲で測定及び記録を行う。

必須項目

①調査地点名称

調査地点における採取位置を含め、調査地点名称を記録する。

（例：多摩川丸子橋下流側・流心）

また、採取位置における現場写真を撮影し、採取位置を特定する地点の情報について記録することを推奨する。

②試料採取位置の位置情報データ

携帯端末もしくはGNSS（GPS）受信機により、全世界測位システムからの緯度・経度の位置情報を取得し、記録する。

③水深

調査地点の安全性と流心等の位置確認のため、水深を計測する。

④流速（ろ水計による計測）

必要なろ水量確保のためのろ水時間予測のため、流速を計測する。

⑤ろ水時間（開始時刻及び終了時刻）

ろ水速度の計算のため、ろ水時間を記録する。

⑥ろ水計の回転数及びろ水量

試料採取前後のろ水計の回転数を読み取り、ろ水量を計算する。

⑦試料採取方法

橋梁や河岸からの降下、もしくは低水路立ち入りの別等を記録し、記録写真を撮影する。

【参考】ろ水量、ろ水速度の算定方法の例

直径30 cmの採取用ネットにおいて、ネットがろ過した全水量をv、ろ水計１回転当たりの流量をf、実際のろ水計回転数をa、円周率をπとすると、

$$v = 0.15^2 \pi af$$

また、ろ水速度をm、ろ水時間をtとすると、

$$m = v/t$$

推奨項目

①天候

降雨・出水の影響について把握するため、採取日及び先行する1週間程度の先行晴天日数等、調査地点周辺の天候について、記録する。

②濁度

ネットの目詰まり状況の予測、「5.3 比重分離」実施要否の検討のため、濁度を計測する。

③潮汐の状態

感潮域の調査地点では、下流側からの水の逆流によるろ水計の回転への影響や浮遊物の混入の可能性を把握するため、満・干潮からの時間・状況を記録する。

④採取地点における川底の状態

河川内に立ち入っての試料採取の際の安全確認、河床堆積物の巻き上げの可能性を把握するため、川底の状態を記録する。

⑤周辺状況

調査地点上流側の河川工事等の有無や漂流ごみの流下等、河川水中のマイクロプラスチックの分布状況に影響を与えると思われる調査地点周辺の状況について記録する。

⑥流量

調査地点において流量データが取得できない場合に実地測定する。

⑦河川水位
流況（平水時、出水時等）を把握する場合、観測地点傍の水位観測所の水位データを1週間以上収集する。

3.5.2 採取時の注意事項

①採取場所において周辺の工事等により採取に影響がないか確認する等、事前に状況を把握する。
②安全を確保するため、試料採取は 2 人以上を 1 組として実施する。ライフジャケットや安全帯を装着し、転倒や落下の危険性がある場所では、ヘルメットも着用する。
③河川内に立ち入って試料採取を実施する際には、河床の砂利を巻き上げないよう注意して下流側から採取地点へ移動し、状況が安定してから採取を開始する。前述の通り、ネットの開口部に調査員が影響を与えないよう注意しながら、ネットの上端が河川表面直下に沈降し、ろ水計が回転している状況を確認する。
④採取中、流木や大きな漂流物等、通水の妨げになるもの、ネットやろ水計を破損するおそれのあるものがネットに入った場合、試料採取を中断し、それらを取り除いても良い。また、その状況について記録する。
⑤作業にあたっては、ゴム手袋や合成繊維製の衣類をはじめ、プラスチック製品の使用はできるだけ避ける。
⑥採取操作は、ほこりや繊維くず等が混入しないよう十分に注意する。
⑦現場での作業の際には、関係者(河川工事、船舶航行、漁業者、河川利用者等の関係者)に対して配慮するとともに安全の確保に努める。

4　湖沼における試料の採取

4.1　概要

湖沼水中からマイクロプラスチックを含む試料の採取を行う。

4.2　採取に用いる器材等

4.2.1 採取用ネット

湖沼調査における採取用ネット（図4-1）については、「3.2.1 採取用ネット」を参照されたい。

図 4-1 プランクトンネットを使用した調査の例

【参考】ニューストンネット

- 角型の枠に0.3mm程度の目開きのネットと、ネット末端に金属製の底管（コッドエンド）が取り付けられている。
- 海洋のマイクロプラスチック調査で一般的に用いられるニューストンネット（開口部：75 cm×75 cm、網長：300 cm）は小型船舶での操作が難しいため、湖沼で運用する際は注意する必要がある（図 4-2）。

図 4-2 ニューストンネットの例

4.2.2 ろ水計

湖沼調査におけるろ水計については、「3.2.2 ろ水計」を参照されたい。

4.2.3 ろ水計の仕様例

湖沼調査におけるろ水計の仕様例については、「3.2.3 ろ水計の仕様例」を参照されたい。

4.2.4 ろ水計の配置・固定方法

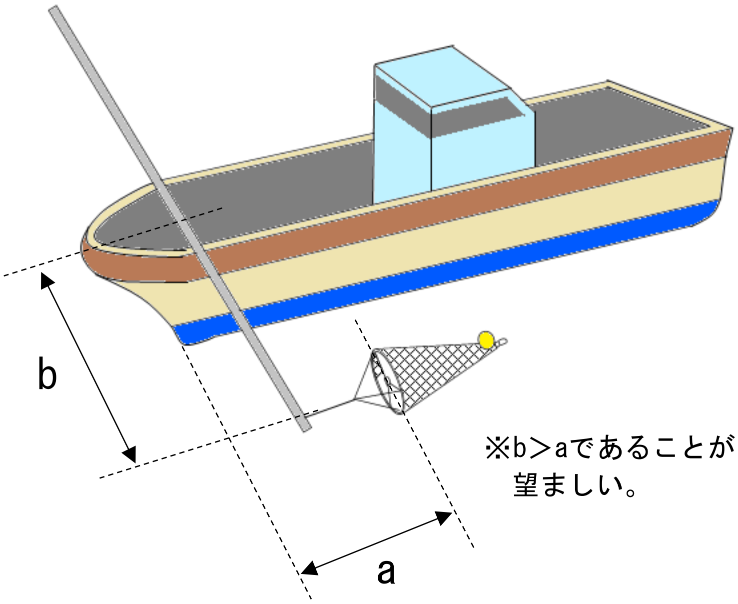
湖沼調査におけるろ水計の配置・固定方法については、「3.2.4 ろ水計の配置・固定方法」を参照されたい。

4.2.5 使用船舶

安全に採取及び作業ができる船舶を使用する。船舶の長さ（登録長）が3 m未満、推進機関の出力が1.5 kw（約2馬力）未満、直ちにプロペラの回転を停止できる、又は身体の傷害を防止する機構を有する船舶は免許が不要である。この条件を満たさない船舶では小型船舶操縦免許が必要である。[III]ゴムボートは安全に採取及び作業ができないため推奨しない。

4.2.6 船舶へのネットの取り付け位置

・航跡波の影響を避けるため、事前に試走して波の発生の様子を確認し、棒を用いて採取用ネットを船体側面から離れた波の影響がない位置に設置する。また、棒の取り付け位置はできるだけ船首に近い位置とし、ネット開口部が可能な限り船舶の前方を向くようにする（図 4-3）。



※a:船首と喫水線の交点からネットまでの前後の距離、b:船の中心からネットまでの左右の距離

図 4-3 プランクトンネットの取り付け例

・棒は曳網でかかる水の抵抗による負荷を考慮して硬い金属製のものを推奨する。
・棒の取り付けは金具やロープ等を用いて緩みがないように固定する。

4.3 採取位置

採取位置は、原則、湖心（船舶の航行に十分な水深が確保できる場所）を選定する。曳網方向は、湖沼の地形や当日の風向等を考慮し、曳網途中に座礁したり、採取用ネットの広がりが偏ったりしないよう設定する。

[III] 国土交通省．″小型船舶操縦免許の制度″．国土交通省．
https://www.mlit.go.jp/maritime/maritime_mn10_000006.html，（参照2023-03-08）

4.3.1 採取用ネットの浸水深さ

採取用ネットの開口部を湖沼表面付近に全没させる（採取用ネットの開口部上部が水面直下に沈む程度）。必要に応じて、採取用ネット開口部に浮き（フロート）や錘を取り付け調節してもよい。

本ガイドラインでは湖沼水中のマイクロプラスチックの採取を目的としていることから、湖床に堆積した粒子の混入をできる限り避けるため、採取用ネットの開口部上部を湖沼表面より深く沈めることは避ける（図 4-4）。

図 4-4　湖底に堆積した泥の例

4.4　採取方法

4.4.1 採取準備

- 使用する機材を確認し、ろ水計のローターがスムーズに回転するか、外れやすくなっていないか、ネットに破れやほつれがないか、異物の付着等がないか等を丁寧に確認する。
- 船舶由来のプラスチック片が採取用ネットに混入するのを防ぐため、船上の作業場所にシートを敷き、作業環境を整える。また、船の舷から剥離した船底塗料等が採取用ネットに混入することを防ぐため、ネットを引き上げる位置の舷をシートで保護する。なお、シートはプラスチック製のものではなく天然繊維等のものを使用すること。

4.4.2 試料採取

- 採取用ネットを湖沼に沈め、ろ水量が10～20 m^3となるよう1～2ノットで曳網する。目詰まりの程度によるが、直径30 cm の採取用ネットで200 m 曳網すると、ろ水量はおよそ14.1 m^3になる。
- 一度の曳網で十分なろ水量を確保できない場合は折り返して曳網を続ける。なお、ろ水量を正確に計測するため、折り返す際は一度ネットを上げ、船体を反転させた後、再度ネットを沈めること。
- 曳網後、採取用ネットを引き上げ、速やかにろ水計の回転数を記録する。ろ水計の回転数を読み取るまでは、風等によりろ水計のローターが回転しないよう注意する。
- 曳網時間のほか、GNSS（GPS）を用いて曳網距離と航跡を記録する。

【参考】ネットの目詰まり

・ネットの目詰まり状況の予測として、濁度を測定する。
・濁度の他、SS やクロロフィルの測定ができれば、目詰まりの原因を確認する上での参考となる。
・試料採取を行う前に試験的に曳網し、曳網距離とろ水量との関係から目詰まりを把握することも可能である（図 4-5）。
・試験的に曳網して採取した試料から、ネットに残る夾雑物の種類、大きさも確認しておくとよい。

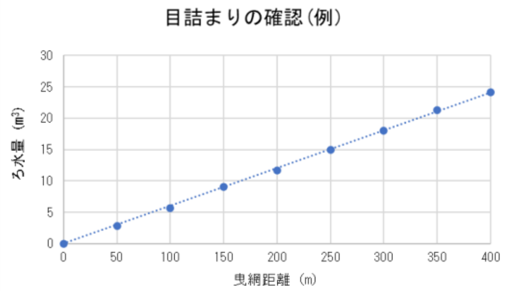


図 4-5 ネットの目詰まりの確認の例

4.4.3 夾雑物の除去

湖沼調査における夾雑物の除去については、「3.4.4 夾雑物の除去」を参照されたい。

4.4.4 採取用ネットからの試料の移し替え

湖沼調査における現場での採取用ネットからの試料の移し替えについては、「3.4.5 採取用ネットからの試料の移し替え」を参照されたい。なお、船上は不安定であるため、作業時に落水や転覆しないよう十分注意すること。

4.4.5 試料番号の記録

湖沼調査における試料番号の記録については、「3.4.6 試料番号の記録」を参照されたい。

4.4.6 試料の保存

湖沼調査における試料の保存については、「3.4.7 試料の保存」を参照されたい。

4.5 採取時の測定及び記録

4.5.1 対象項目

試料採取時に、下記の必須項目については必ず測定及び記録を行う。また、推奨項目は可能な範囲で測定及び記録を行う。

必須項目

①調査地点名称

採取位置における現場写真を撮影し、採取位置を特定する地点の情報について記録することを推奨する。

②水深

調査地点の安全性と湖心等の位置確認のため、水深を計測する。紐の先端に錘を付けて計測する方法、長尺スタッフで計測する方法、CTD 計等圧力センサで計測する方法等がある。

③ろ水計の回転数及びろ水量

試料採取前後のろ水計の回転数を読み取り、ろ水量を計算する。

④曳網時間（開始時刻及び終了時刻）

ろ水速度を計算するため、曳網時間（開始時刻及び終了時刻）を記録する。
⑤試料採取位置の位置情報データ（航跡）
船舶の GNSS（GPS）受信機により、全世界測位システムから、曳網開始・終了時の緯度・経度、及び航跡の位置情報を取得する。
⑥曳網距離
試料採取状況を把握するため、⑤のデータより曳網距離を記録する。
⑦船速
試料採取状況を把握するため、⑤のデータより船速を記録する。
⑧船舶から採取位置
航跡や船舶由来のコンタミネーションの影響について把握するため、採取位置（左舷・右舷）と船舶から採取用ネットの距離を計測する。
⑨風向、風速及び波向き
曳網方向の決定やマイクロプラスチックの分布への影響について把握するため、風向、風速及び波向きを実地で記録する。

推奨項目
①天候
降雨・出水の影響について把握するため、採取日及び先行する1週間程度の先行晴天日数等、調査地点周辺の天候について、記録する。
②濁度
ネットの目詰まり状況の予測、「5.3 比重分離」実施要否の検討のため、濁度を測定する。
③周辺状況
湖沼に流入する河川の工事や漂流ごみ有無等、湖沼水中のマイクロプラスチックの分布状況に影響を与えると思われる調査地点周辺の状況について記録する。
④水位
流況（平水時、出水時等）を把握する場合、観測地点傍の水位観測所の水位データを1週間以上収集する。
⑤流入・流出河川の情報
調査結果を考察するための情報として流入・流出河川の情報を入手する。

4.5.2 採取時の注意事項

湖沼調査における採取時の注意事項については、「3.5.2 採取時の注意事項」を参照されたい。

5　前処理方法

採取試料から夾雑物を取り除くとともに、プラスチックと思われる粒子（以下「プラスチック候補粒子」という）の分取を効率化するため、ろ過に加えて、試料の採取量や夾雑物の量、採取試料の状態に応じて、酸化処理や比重分離を組み合わせて実施する。酸化処理は試料中に植物片等の有機物が多い場合に、比重分離は試料中に土粒子等の無機物が多い場合に、それぞれ有効である。

なお、酸化処理では、マイクロプラスチックの一部に変性又は分解が生じる可能性があること、比重分離では、比重の大きなマイクロプラスチックが沈殿物中に混入してしまう可能性があることに留意して実施すること。

5.1　ネットによるろ過

5.1.1 概要

目開き 0.1 mm のネットを使用して採取した試料から固形物を分離する。

5.1.2 試薬、器具等

1）目開き 0.1 mm のネット
2）ビーカー等のガラス容器（2 個）
3）精製水
4）ピンセット
5）駒込ピペット(ガラス製)

5.1.3 手順

①ネットをガラス容器 A にかぶせ、試料保存容器内の試料を静かに流して、ネットでろ過する（図 5-1）。
②目視により明らかに5 mm 以上の夾雑物がある場合は、ピンセットで取り除く（図 5-2）。夾雑物に付着している物を精製水で洗いながらネット上に落とす。
③ガラス容器 A のネットを、ガラス容器 B に移し替える（図 5-3）。
④ガラス容器 A 内のろ液を、ガラス容器 B に乗せたネットの上から静かに流して再度ろ過する（図 5-4）。
⑤ネットをガラス容器 B から取り外し、ガラス容器 A に移し替える。その際、ネットの試料がのっている面がガラス容器 A の内側を向くよう、ネット上の試料を覆うようにガラス容器 A の口を被せる（図 5-5）。
⑥ガラス容器 A のネットの上から少量の精製水（ろ過後、乾燥せずに酸化処理を行う場合は、酸化処理で扱う試薬を用いてもよい）をピペット等で注ぎ、ネットに付着した試料をガラス容器 A 内に落とす（図 5-6）。

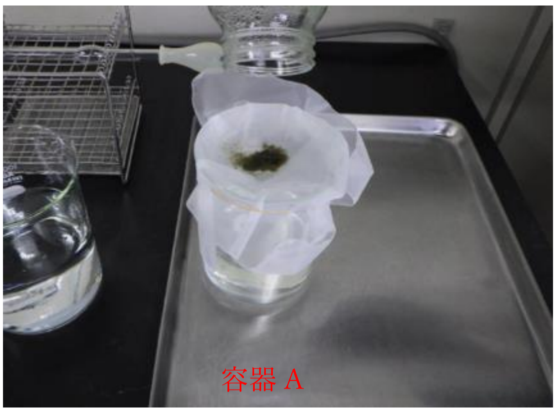


図 5-1　①ネットによるろ過

図 5-2　②大きな夾雑物等の除去

図 5-3　③ネットの移し替え

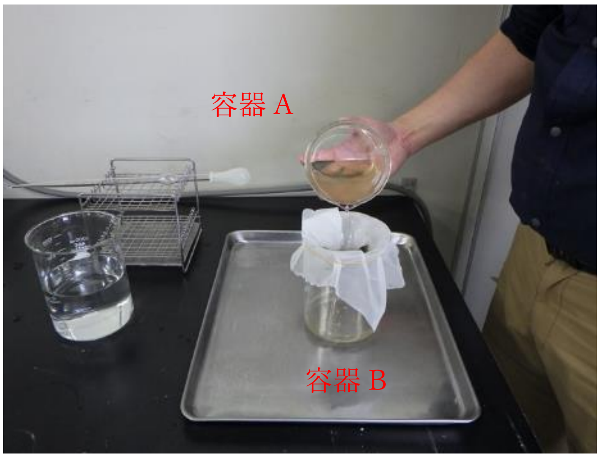


図 5-4　④ろ液の再ろ過

図 5-5　⑤試料の乗った面を内側にして移し替え

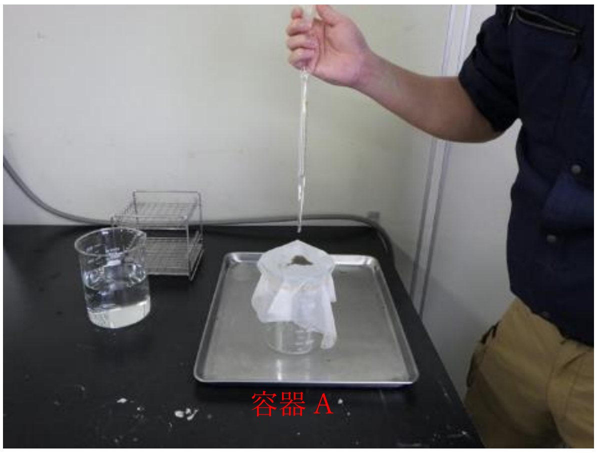


図 5-6　⑥精製水による落とし込み

5.2　酸化処理

5.2.1 概要

酸化剤によりマイクロプラスチックの表面付着物や試料中の有機物を除去することで、プラスチック候補粒子を目視しやすくすることができ、プラスチック候補粒子の分取作業を効率化する。酸化処理は30 %過酸化水素溶液を用い、加温しながら行う。

5.2.2 試薬、器具等

1）乾燥機
2）ウォーターバス（恒温水槽）
3）時計皿
4）目開き 0.1 mm のネット
5）ビーカー等のガラス容器
6）ガラスシャーレ等のガラス容器
7）30 %過酸化水素溶液

5.2.3 手順

①試料が入ったビーカー等のガラス容器に時計皿をかぶせ、乾燥機により60℃以下で加熱し、

乾固しない程度に水分を除去する（1 L ビーカーあたりの試料量は50 mL 程度を目安とする。試料量が多い場合はビーカーの本数を増やして試料を分割する）。

＊以下のことに注意する。

・プラスチックの変質を防止するため60℃以下で乾燥すること。

・乾固しない程度とは，試料が多い場合，容器を傾けても湿潤試料が流動しない状態をいう。

・乾燥後の試料中の水分が過剰な場合、酸化剤の濃度低下により有機物分解の効果が低減するため注意が必要である。

図 5-7　乾燥機による乾燥

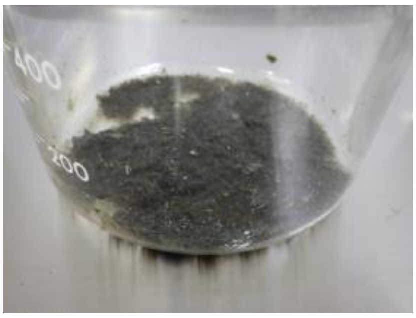
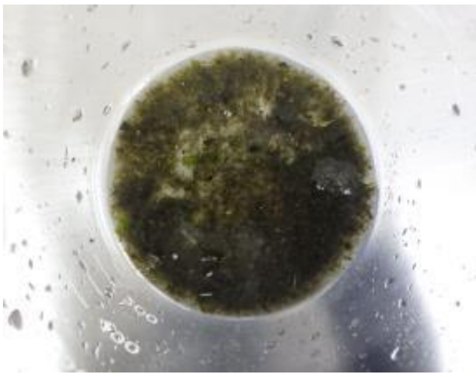
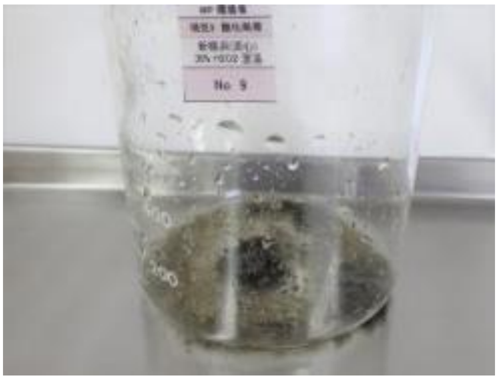


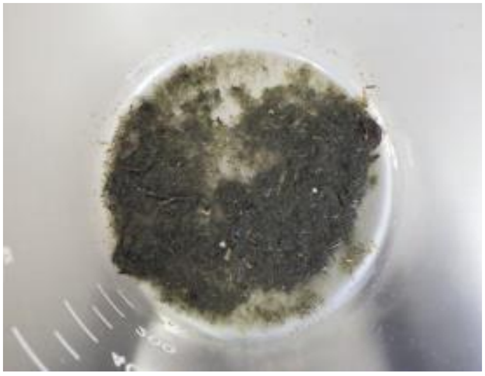
図 5-8　乾燥後の試料



乾燥前(上面)



乾燥前(側面)



乾燥２時間半後(上面)、乾燥終了

乾燥２時間半後(側面)、乾燥終了

図 5-9　凝固しない程度の乾燥の例

②乾燥後のビーカーに30％過酸化水素溶液100 mL を加え、時計皿をかぶせてウォータバスで55 ℃に加温し、3日間静置する。

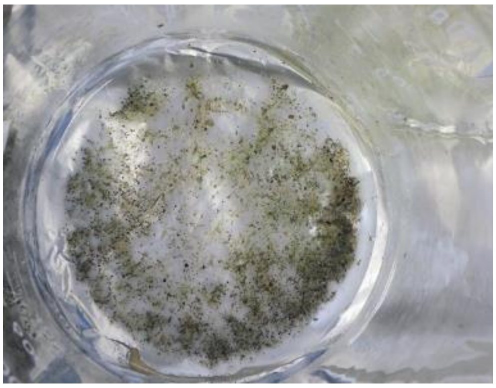
＊反応を促進するため、時々容器を穏やかに振り混ぜるとよい。ただし、プラスチック片を

破壊してしまうため、激しく振り混ぜたり、撹拌棒による混合は行わない。
＊30 %過酸化水素溶液の添加はドラフト内で行うとともに、目や皮膚を守るためゴーグルや手袋を使用する。

③静置後、反応液中の白色ゲル状懸濁物が消失しない場合は、30 %過酸化水素溶液100 mL をさらに追加し、1日間加温する。

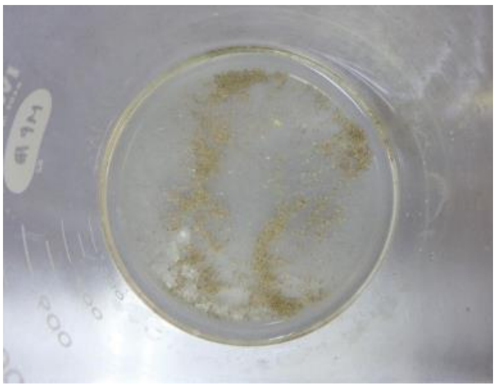
④懸濁物が消失しないようであれば、③を繰り返す。

図 5-10　ウォータバスによる加温



酸添加直後(上面)

酸添加 0 日目(24 時間後)(上面)



酸添加 終了(上面)

図 5-11　酸化処理の時間経過の例(酸化条件：30 %過酸化水素溶液 100 mL、50 ℃加温)

⑤ビーカーにネットをかぶせ、酸化処理後の溶液を静かに流す。

⑥試料が入っていたビーカーを少量の精製水で洗い、ネットに静かに流す。(複数回)

⑦ネットの上の試料を少量の精製水で洗い、ガラスシャーレ等のガラス容器に移す。

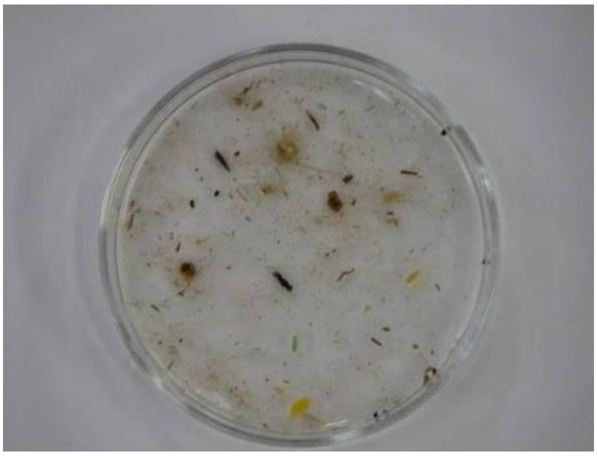


図 5-12　ガラスシャーレに移した試料

【参考】反応液の活性チェック方法

・酸化処理途中に過酸化水素が全て反応し終え、不活性となってしまうことがある。反応中の過酸化水素溶液に活性があるかどうかは以下の方法で確認することができる。

1)酸化処理の反応液をごく一部採取し，肝臓（レバー）片や納豆等又は二酸化マンガンに滴下して発泡を確認する。

2)発泡があれば過酸化水素が含まれており、発泡がなければ過酸化水素は失活している。

5.3　比重分離

5.3.1 概要

採取した試料に土粒子等の無機物が多く混在することがある。無機物とプラスチックの比重の違いを利用して、分取作業を効率化するため、試料からプラスチック類を分離する。

5.3.2 試薬、器具等

1) 漏斗（ガラス製）
2) 漏斗台
3) シリコンチューブ
4) ピンチコック（クリップ）
5) 5.3 M ヨウ化ナトリウム溶液
6) ガラス容器
7) 目合い0.1 ㎜のネット

5.3.3 手順

①漏斗にシリコンチューブをつなぎ、その先端を折り曲げピンチコック（クリップ）で留める。

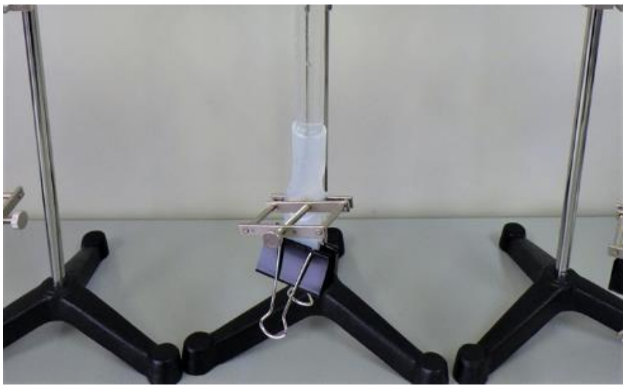


図 5-13　チューブの先を留めた状態

②試料を含むビーカーにヨウ化ナトリウム水溶液を適量加え、ガラス棒で軽く撹拌する。

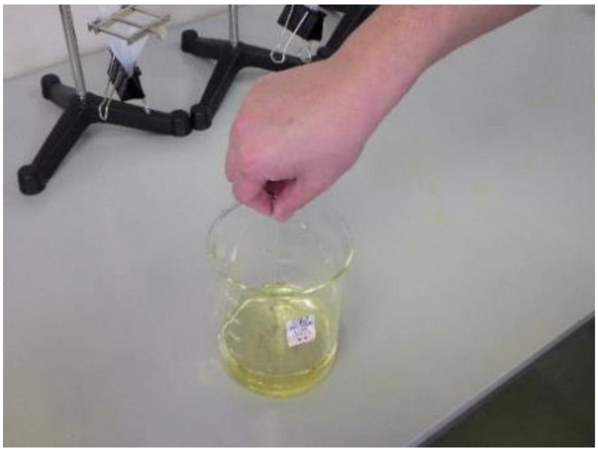


図 5-14　ガラス棒による撹拌

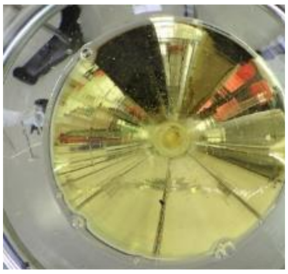
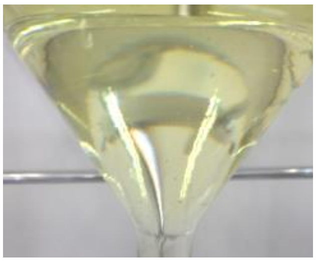
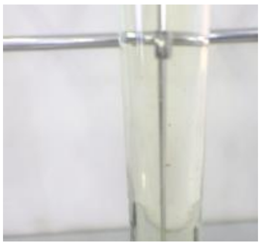
③溶液を漏斗に移す。

図 5-15　ロートに移している様子

④落下物が入らないよう漏斗の上部を時計皿等で覆い、3時間程度静置する。

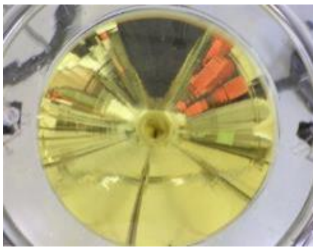
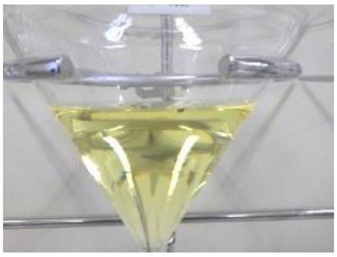
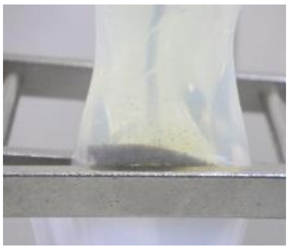
図 5-16　ろ液を静置している様子

⑤漏斗内の溶液の状態を確認し、分離が不十分な場合は静置時間を延長する。

上面　　上層～中層付近　　下層付近

比重分離開始時

上面　　上層～中層付近　　下層付近

比重分離終了時

図 5-17　比重分離の開始時と終了時の比較

⑥チューブの下に容器を置き、クリップを外して溶液の下層部分を流し、上層部分を集める。

図 5-18　分離の様子

⑦上層部に付着した試料を精製水で洗い込む。

図 5-19　洗い込みの様子

⑧集めた試料を目合い0.1 mm のネットでろ過し、精製水で洗浄する。

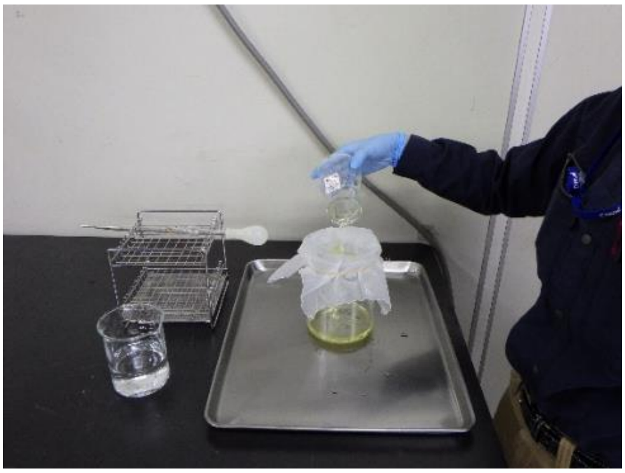


図 5-20　試料のろ過

⑨チューブ下層の沈殿物も同様にネットでろ過し、プラスチック候補粒子がないか確認する。

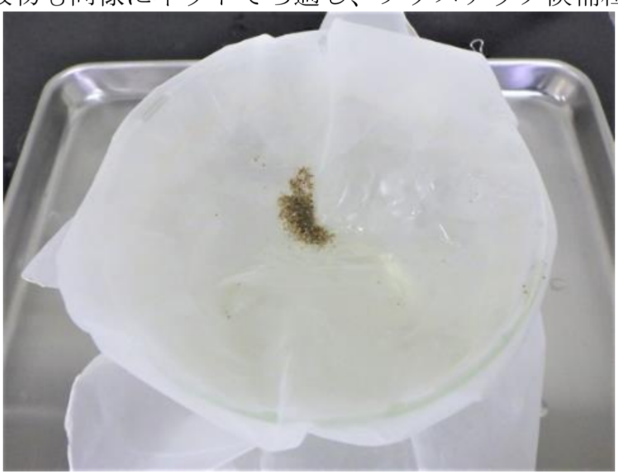


図 5-21　下層の沈殿物のろ過後ネットの残渣

⑩ろ過後の試料をガラスシャーレに移す。

図 5-22　ガラスシャーレに移し込み後の試料

【参考】その他の比重分離手法等

ヨウ化ナトリウムは高価であるため、コスト削減のために飽和塩化ナトリウム水溶液を比重分離に用いることができる。

なお、飽和塩化ナトリウム水溶液の比重は1.2 g/cm^{3}であり、ヨウ化ナトリウム水溶液の比重1.5 g/cm^{3}より軽いため、沈殿物中にポリエチレンテレフタレート（PET）等の比重の重いマイクロプラスチックが混入する場合が多い。そのため、分離した沈殿物も必ず確認する必要がある。

分取の作業効率は下がるが、採取試料の濁度が高くない場合等、試料の状態によっては、比重分離によるマイクロプラスチックのロスやコスト等の観点から比重分離を行わずに6に示す候補粒子の分取を行ってもよい。ただし、同一目的で実施している調査については、各試料同士の比較のためにも、可能な限り前処理の工程・内容を統一することを推奨する。

5.3.4　室内におけるコンタミネーションの確認

4.1～4.3の各前処理を行う際は、精製水を入れたシャーレを作業場所付近に設置する。前処理の工程が終了した都度、シャーレ内を観察し、プラスチック等の異物が混入していないかを確認する。

異物の混入が確認された際は、混入した粒子についても、以下6～7の工程で、成分を同定し、記録する。同定された混入粒子がプラスチックであり、試料の中から同じ成分・特徴（形状、色等）を示す粒子が見つかった場合、「9.2 調査結果のとりまとめ」における「2）調査地点・試料検体に関する整理」として、⑪マイクロプラスチックの個数及び⑫マイクロプラスチックの個数密度の算出の際は、混入粒子の数を引いた値についても参考値として記録する。

なお、事前に試験室内でどの程度コンタミネーションが生じるのかを確認することが望まれる。また、コンタミネーションが毎回生じるものなのか、又は、特定の操作時に発生するのかを把握することで、コンタミネーションの発生原因の推定や対策の検討が可能となる。

6　プラスチック候補粒子の分取

6.1　概要

前処理後の試料の中からプラスチック候補粒子の分取を行う。また、分取したプラスチック候補粒子の長径の計測、色や形状による分類を行う。

試料が入ったシャーレ等内に10 mL 程度の水分を含んでいると分取操作が容易である。水分量が多い場合は、60 ℃以下で適当な水分量になるまで乾燥機で乾燥する。ただし、試料が完全に乾固してしまうとプラスチック候補粒子が夾雑物の残渣等に付着し、分取が困難になるため注意する必要がある。

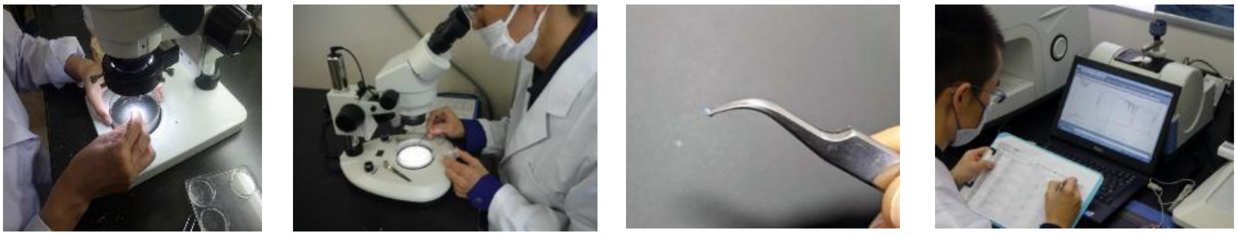
6.2　器具等

1）実体顕微鏡
2）精密ピンセット
3）ミクロメーター（目視により長径等を計測する場合）
4）デジタルカメラ（画像処理により長径等を計測する場合）
5）パソコン（画像処理により長径等を計測する場合）
6）画像処理ソフト（画像処理により長径等を計測する場合）

6.3　手順

6.3.1 長径等の計測を目視により行う場合

①シャーレ上の試料を実体顕微鏡で観察し、精密ピンセットによりプラスチック候補粒子を分取する（具体的なプラスチック候補粒子の識別については「6.4 プラスチック候補粒子の識別」を参照）。識別番号等を付番し、ミクロメーターで長径を計測する。
②分取したプラスチック候補粒子を別に用意したシャーレに移動する。
③移動したプラスチック候補粒子を形状や色等により分類する（具体的な形状・色の分類は6.5及び6.6を参照）。
④長径、形状分類及び色分類の結果をプラスチック候補粒子ごとに記録する。

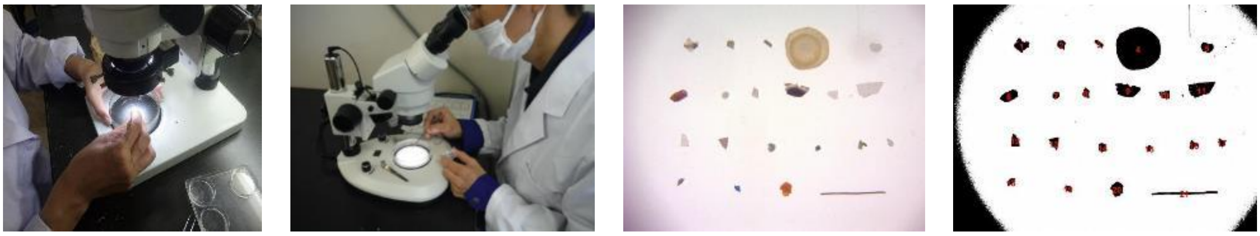


①　②　③　④

図 6-1　各工程の作業風景

6.3.2 画像処理により各粒子の長径等を計測する場合

①シャーレ上の試料を実体顕微鏡で観察し、精密ピンセットによりプラスチック候補粒子を分取する。
②分取したプラスチック候補粒子を別に用意したシャーレに移動する。
③デジタルカメラでシャーレごとの画像データを取得する。
④画像データについて、画像処理ソフトを用いて各プラスチック候補粒子に検体番号を付番する。また、長径及び、短径もしくは面積の計測を行う。
⑤長径、短径、面積、形状分類及び色分類の結果をプラスチック候補粒子ごとに記録する（具体的な形状・色の分類は6.5及び6.6を参照）。
＊長径が5 mm を超えるプラスチック候補粒子については、以降の作業は要しない。
＊プラスチック片の形状によっては長径、短径から面積を求めると誤差が大きい場合があるため、面積を正確に評価する場合は画像処理ソフトが必要になる。



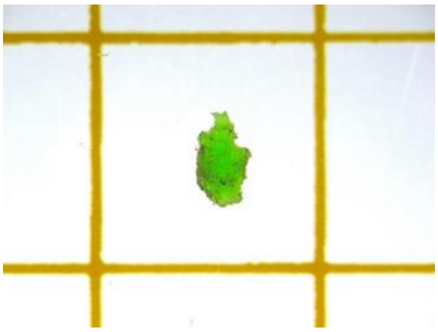
① ② ③ ④

図 6-2　各工程の作業風景

6.4　プラスチック候補粒子の識別

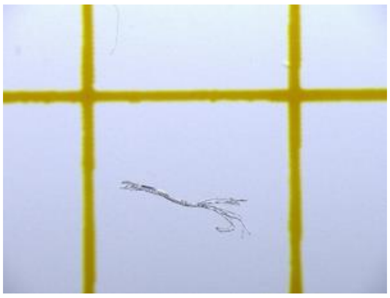
プラスチック種別に応じた代表的なプラスチック候補粒子を、図 6-3に例示する。
＊ピンセットで触れた際に崩壊しやすい粒子もあることから取扱に注意する。

ポリスチレン(PS)



ポリエチレン(PE)

アクリル樹脂(PMMA)



ナイロン(Nylon)

図 6-3　プラスチック種別に応じた代表的なプラスチック候補粒子の例

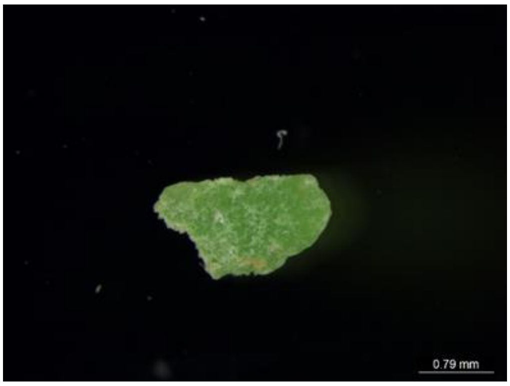
黄色枠は1升5 mm 四方

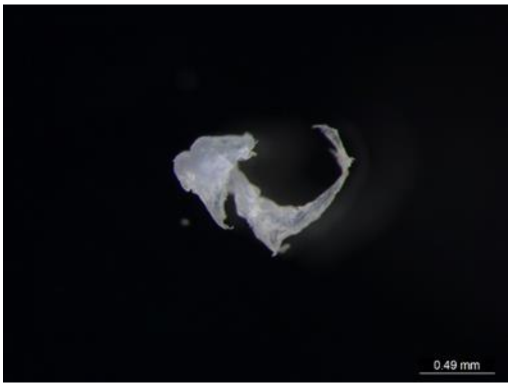
（上図はあくまで例であり、同じ素材でも、さまざまな形状、色がある）

6.5　プラスチック形状の分類

プラスチック候補粒子の形状は以下の項目で分類する。
①破片（フラグメント）
②膜・シート状（フィルム）
③ビーズ
④発泡（発泡プラスチック）
⑤円柱・球（ペレット）
⑥繊維状
⑦その他

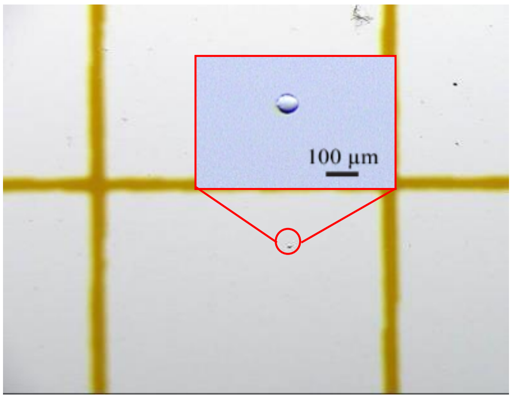
以下図 6-4に形状分類ごとのプラスチックの例を示す。





①破片（フラグメント）：破片状で特定の形を持たないもの

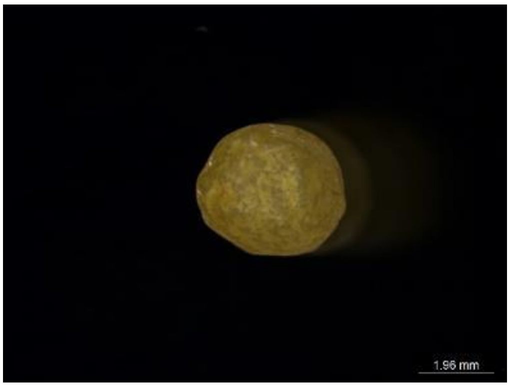
②膜・シート状（フィルム）：薄くシート状のもの



黄色枠は1升5 mm 四方

③ビーズ：ほぼ真球状のもの

④発泡（発泡プラスチック）：球状でも発泡しているもの



⑤球・円柱（ペレット）

⑥繊維状：細長くひも・棒状であるもの

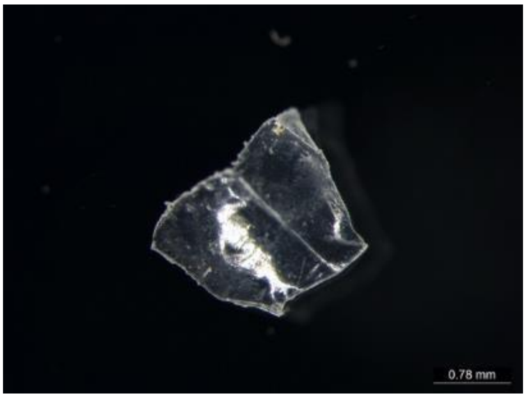
図 6-4　プラスチックの形状分類の例

6.6　プラスチックの色分類

プラスチック候補粒子の色は、以下の項目で分類する。

①透明
②白
③赤
④橙（オレンジ）
⑤黄
⑥緑
⑦青
⑧紫
⑨黒
⑩複合（混合色）
⑪その他

以下の図 6-5に、色分類ごとのプラスチックの例を示す。



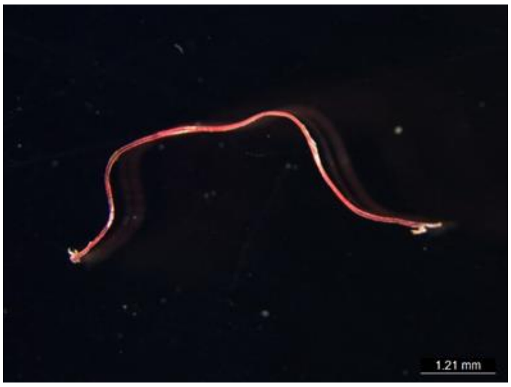
①透明

①透明

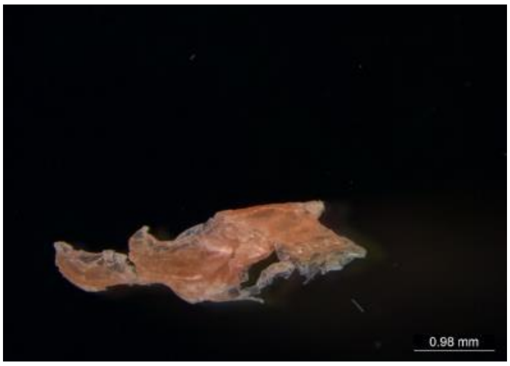
②白

②白

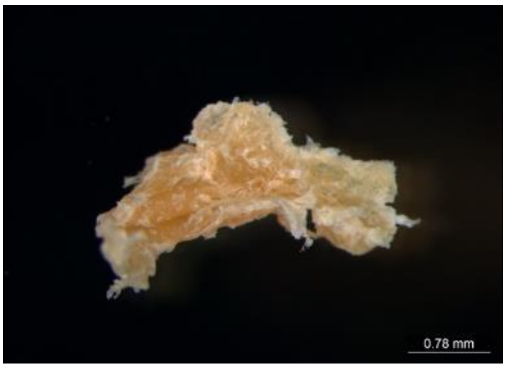
③赤



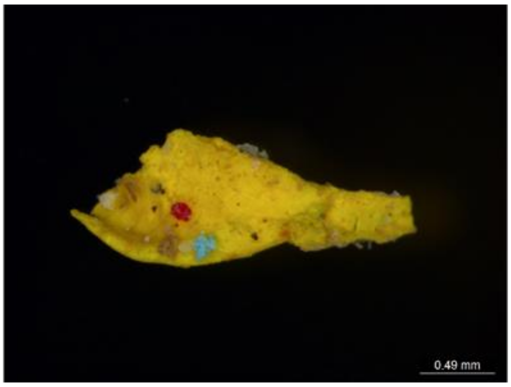
③赤



④橙（オレンジ）

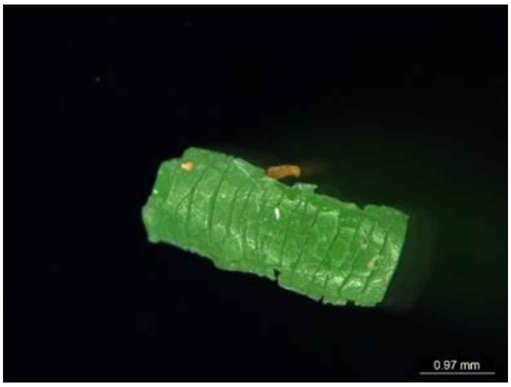


④橙（オレンジ）



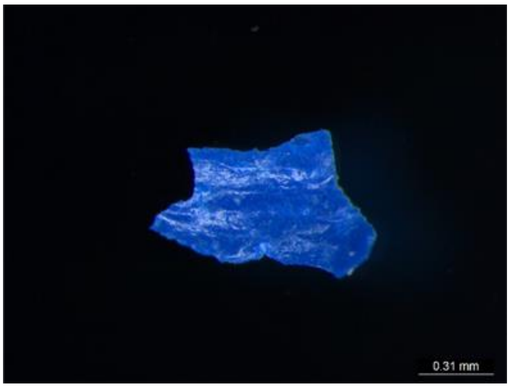
⑤黄

⑤黄



⑥緑

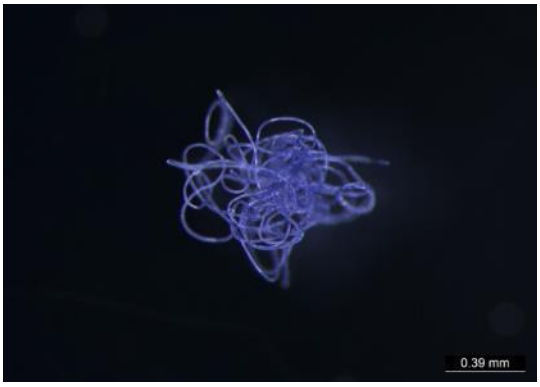
⑥緑



⑦青

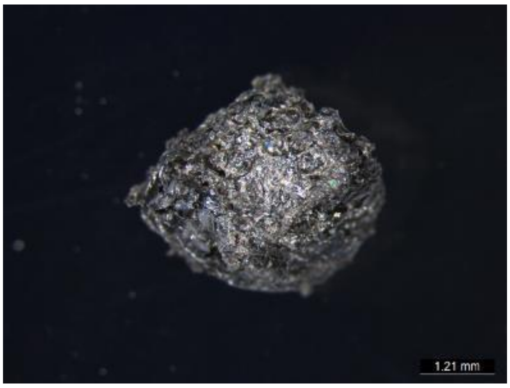
⑦青

⑧紫

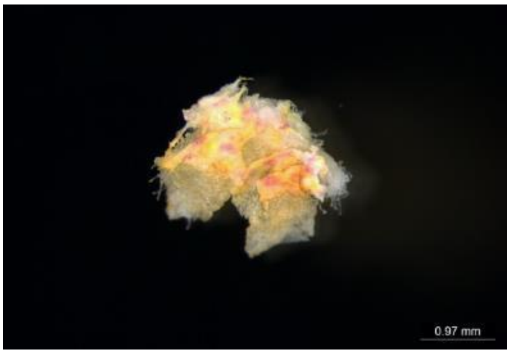


⑧紫

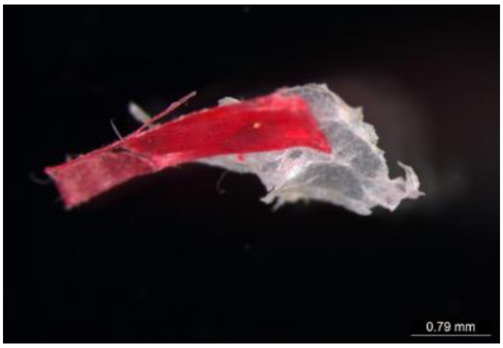
⑨黒



⑨黒



⑩複合（混合色）



⑩複合（混合色）

図 6-5　プラスチックの色分類の例

【参考】添加回収試験

プラスチック候補粒子を顕微鏡下で分取する作業は、作業実施者により分取精度のばらつきが生じやすい。複数の作業実施者が関与する場合等には、分取精度を管理するため、添加回収試験を実施することを推奨する。

手順

①分取作業を行う前に、採取試料に標準プラスチックを添加する。
②標準プラスチックと、採取試料が混ざった試料に関して分取を行う。
③分取作業後、添加した標準プラスチックをどの程度正確に分取できたか確認する

＊添加する標準プラスチックのサイズは、対象とするプラスチック候補粒子の大きさを考慮して、粒径0.3 mm、0.5 mm、1 mm、2 mm程度から複数のサイズを選択する。
＊添加量は50粒子程度とし、回収率（%）を確認する。
＊標準プラスチックの色の選定において、自然界や河川水中では見つかりにくい色の方が採取試料と区別しやすい。

7　プラスチックの同定

7.1　フーリエ変換赤外分光光度計を用いた同定

7.1.1 概要

本ガイドラインでは、使用例が多いフーリエ変換赤外分光光度計の全反射測定法（FT-IR ATR法）によるプラスチックの同定法について記載する。

また、微細な繊維等、プラスチック候補粒子の形状、大きさによっては、FT-IR によるプラスチックの同定ができないものがあるため、その場合、FT-IR による測定は行わなかったことを記録する。

なお、より粒径の細かいプラスチックの同定には、顕微フーリエ変換赤外分光光度計やラマン分光器等が使われる。

7.1.2 器具等

1）フーリエ変換赤外分光光度計（FT-IR）
2）精密ピンセット
3）スペクトル解析用パソコン
4）静電気除去装置（イオナイザー）（推奨）
　＊乾いたプラスチック片を扱うときは帯電による飛び跳ねがなくなり操作性が向上する

7.1.3 手順

①キムワイプで、センサー部を拭く。
②測定条件を設定する。
＊マイクロプラスチックの測定ではサンプルスキャン回数：5回以上、保存波領域：4000～400 cm^{-1} 程度の設定で実施されていることが多い。
③バックグラウンド測定を実施。
④「6 プラスチック候補粒子の分取」の工程において分取したプラスチック候補粒子を精密ピンセットにより1粒子ずつセンサー部に圧着させる。
⑤測定を実施。
＊プラスチック候補粒子は測定前後で紛失しやすく、測定後に粒子が粉砕することもある。紛失や粉砕した場合は備考に記載する。
＊粉砕が起きた場合、FT-IR センサー部に粒子の破片が付着することが多い。その場合はエタノールをしみ込ませたキムワイプでセンサー部を拭く。その後、バックグラウンド測定を実施し、測定を再開する。
⑥表示された赤外スペクトルについて、ライブラリのスペクトル検索によりプラスチック種別を同定する。得られたスペクトルのデータ（csv、画像）を保存する。
⑦ヒットクオリティが低く、スペクトル検索によるプラスチック種別の同定ができない場合は、赤外スペクトルの特徴的なピーク等によりプラスチック種別を目視で判定する。ヒットクオリティを記録後、スペクトルのデータを保存する。目視による判定が困難な場合は同定を行わない（プラスチックとしてカウントしない）。
⑧同定したプラスチック種別、ヒットクオリティ、スペクトル形状による目視判断の有無等を記録する。

7.1.4 注意事項

①ヒットクオリティ
・ヒットクオリティとは、FT-IR 製造メーカーが作成したライブラリと測定試料との赤外スペクトルの一致率を指す。

・製造メーカーごとにヒットクオリティの算出方法が異なること、機器によりセンサー部への圧着具合が異なること等から、同一試料を測定した場合においても FT-IR 製造メーカーごとにヒットクオリティの値は異なる。
・ヒットクオリティの算定の基となるライブラリは、製造メーカーにより異なる。また、ライブラリは同一メーカーでも複数の種類があり、劣化したプラスチックでは、同一素材でも条件(加熱劣化、UV 劣化等)が異なるライブラリを使用することでヒットクオリティが向上する場合がある。
・学術研究ではプラスチックの種別判断にヒットクオリティの下限を定め、その値以下の場合は収集データから除外することがあるが、本調査では自治体等が実施するマイクロプラスチックの分布実態の把握を目的としているため、ヒットクオリティが低い場合でも、赤外スペクトルの特徴的なピーク等によりプラスチック種別を類似のスペクトルの形状等から目視で判定する。

②プラスチック種別ごとの特徴的なピーク形状
・プラスチック種別ごとの赤外スペクトルの例を図7-1に示す。参考に、不純物も含んでいる場合のスペクトルも、ピークの出方の違い等の確認のため、併せて示す。以下に示す各成分の固有のピークが確認できる場合はスペクトルが不純物を含んでいる場合でも同定を行う。なお、図中には非プラスチックのスペクトルも示す。

(a) ポリエチレン(PE)

2845及び2915 cm^{-1}に強度の高い C-H 伸縮振動、717及び730 cm^{-1}付近に CH_2横揺れ振動のピークを持つ。高密度ポリエチレン(HDPE)は1462及び1472 cm^{-1}付近に、低密度ポリエチレン(LOPE)は1462及び1467 cm^{-1}付近に CH_2変角振動のピークを持つ。2845及び2915 cm^{-1}付近の C-H 伸縮振動に関しては該当するピークを持つ自然物も多いため、必ず CH_2の横揺れ、変角振動のピークの存在も併せて確認する。

PE は酸や熱等によって酸化されやすい。酸化された PE は1700 cm^{-1}、1,200 cm^{-1}付近に C=O、C-O 等の酸化を示唆する官能基や結合に由来する吸収ピークが現れる。

(b) ポリプロピレン(PP)

3000 cm^{-1}付近に4つの特徴的な C-H 伸縮振動のピークを持つ。また、1455及び1377 cm^{-1}付近に比較的強度の高い CH_2変角振動のピークを持つ。

(c) ポリスチレン(PS)

694 cm^{-1}付近に強度の高い芳香環 C-H の面外変角振動、3000 cm^{-1}付近にベンゼン環由来の6～7本の特徴的なピークが観測される。また、1492及び1601 cm^{-1}付近に芳香環伸縮振動、1027 cm^{-1}付近に芳香環 C-H 変角振動を持つ。

(d) ポリエチレンテレフタレート(PET)

720 cm^{-1}付近に芳香環 C-H の面外変角振動、1094及び1241 cm^{-1}付近に C-O 伸縮振動、1713 cm^{-1}付近に C=O 伸縮振動の特徴的なピークを持つ。

(e) ナイロン(Nylon)

1538 cm^{-1}付近に N-H 変角振動と C-N 伸縮振動、1634 cm^{-1}付近に C=O 伸縮振動、2858及び2932 cm^{-1}付近に C-H 伸縮振動、3298 cm^{-1}に N-H 伸縮振動のシャープで特徴的なピークを持つ。

(f) タンパク質

タンパク質のスペクトルはナイロン(Nylon)のスペクトルと形状が似ているため注意が必要である。タンパク質のスペクトルはピークがブロードな傾向があり、また、ナイロンとピークの波数が異なることが多い。また、タンパク質は画像のように見た目がプラスチックと異なる。顕微鏡により細胞組織を確認できることが多いため目視による判断も参考になる。

(g) セルロース（天然繊維）

1000～1100、2800～3000、3300～3400 cm^{-1}付近にブロードなピークを持つ。

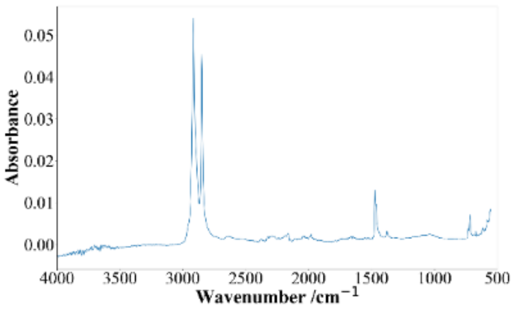
(h) 無機物

ガラス等の無機物はブロードで単調なピークを持つ。ガラスは1050 cm^{-1}付近に強度の高いブロードなピークが観測される。

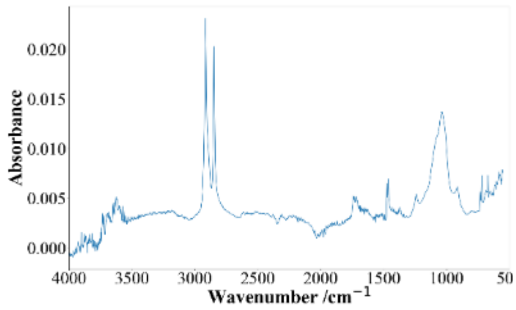
(i) 黒色サンプル

プラスチック候補粒子の中には IR スペクトルで明確なピークが検出されない黒色のサンプル（特定のゴム等）がある。

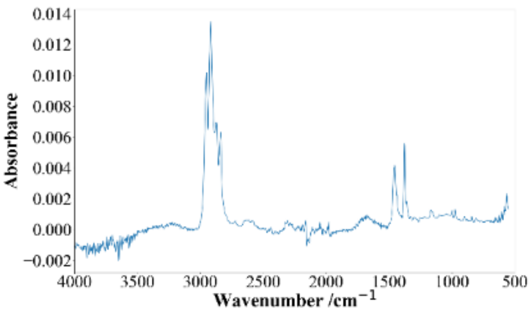
※こうした黒色サンプルは、ATR 法においてより屈折率の高いゲルマニウム（Ge）プリズム等に換装することにより、スペクトルを取得できる可能性がある。



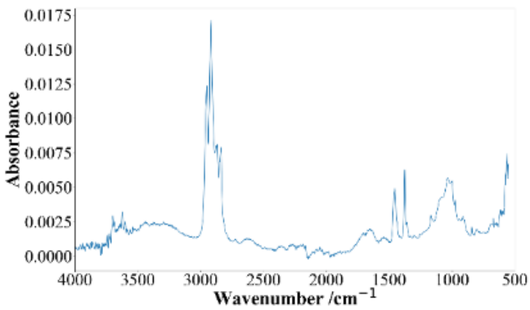
(a)ポリエチレン(PE)



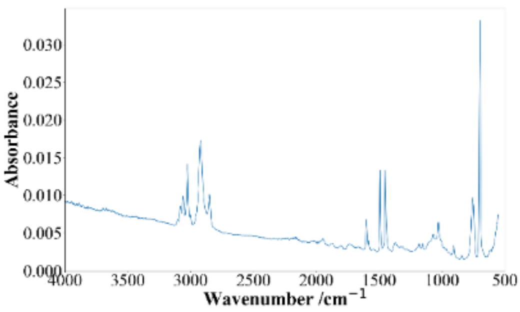
PE+不純物



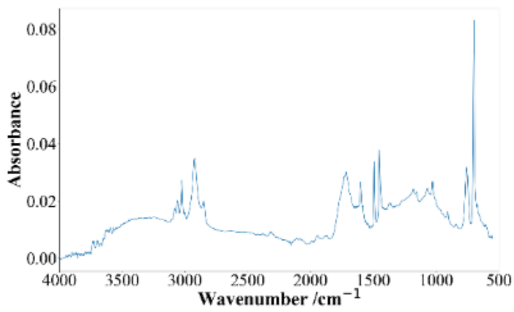
(b)ポリプロピレン(PP)



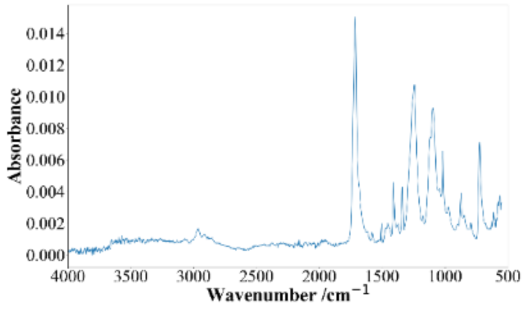
PP+不純物



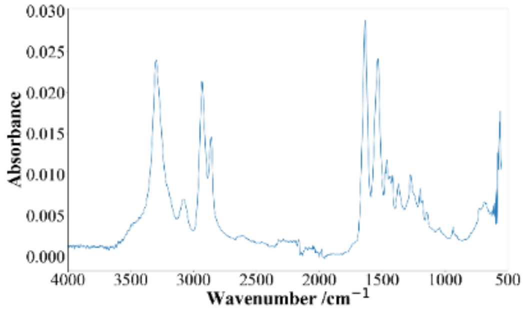
(c)ポリスチレン(PS)



PS+不純物

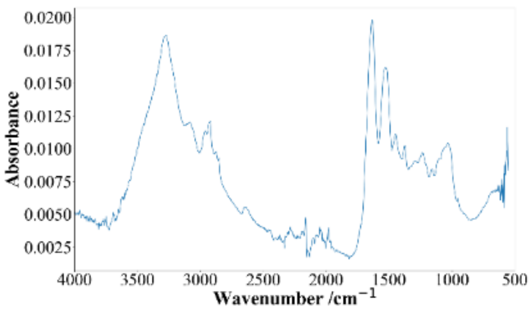


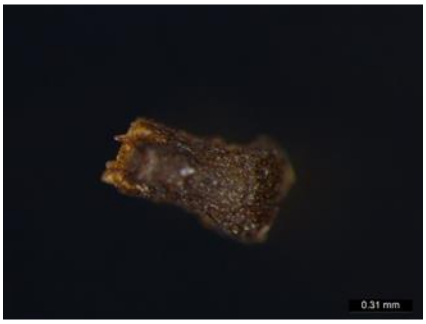
(d)ポリエチレンテレフタラート(PET)



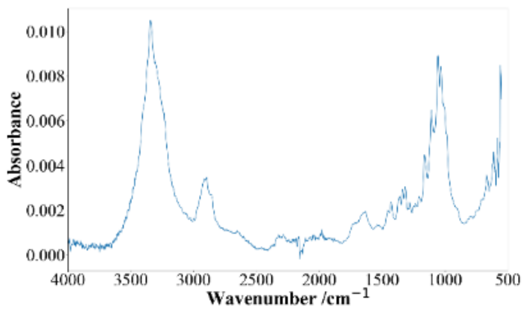
(e)ナイロン(Nylon)

プラスチック以外の例

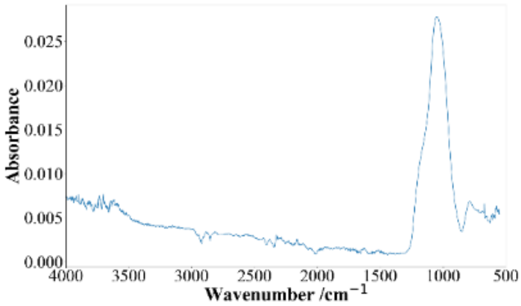




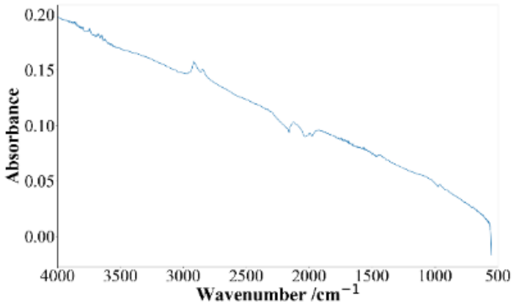
(f)タンパク質とその顕微鏡画像



(g)セルロース



(h)無機物



(i)黒色サンプルとその顕微鏡画像

図 7-1　プラスチックと非プラスチックの赤外スペクトル形状等の例

8　マイクロプラスチックの質量測定

8.1　試料中のマイクロプラスチック総質量の測定（任意）

8.1.1 概要

電子天秤により試料中のマイクロプラスチック総質量を測定する。

8.1.2 器具等

電子天秤

8.1.3 手順

①プラスチック候補粒子のうち、6.1によりマイクロプラスチックと同定したものを試料番号ごとに集める。
②集めたマイクロプラスチックの質量を電子天秤により測定する。

【参考】マイクロプラスチック個々の質量測定

マイクロプラスチックをプラスチック種別ごとに質量を把握することで、削減対策等の対象とするプラスチックの絞り込みや施策効果の把握等に調査結果を活用することができる。種類別質量別把握に対応するには、個々の質量測定が有効である。

1. 概要

ウルトラマイクロ天秤によりマイクロプラスチック個々の質量を測定する。なお、マイクロプラスチック個々の質量を測定する場合は、「7 プラスチックの同定」によるマイクロプラスチックの同定を行う前に実施する。

2. 器具等

・ウルトラマイクロ天秤

＊マイクロプラスチックの中には、非常に軽い試料があるため、最小表示0.1 μg の天秤の使用を推奨する。

3. 手順

「6 プラスチック候補粒子の分取」によりシャーレ上に分類されたプラスチック候補粒子の質量を、ウルトラマイクロ天秤により測定する。

9　測定結果のとりまとめ

9.1　マイクロプラスチックの測定結果のとりまとめ

試料検体ごとに、測定結果を以下の項目についてとりまとめる。

必須項目

①プラスチック種別
②長径
③形状分類
④色分類
⑤顕微鏡撮影画像
⑥FT-IR 測定でのヒットクオリティ
⑦赤外スペクトルデータ（csv 及び画像データ）

推奨項目

①短径（画像処理により解析した場合）
②面積（画像処理により解析した場合）
③厚み
④質量

9.2　調査結果のとりまとめ

以下の項目により、各調査地点における調査結果をとりまとめる。

1）調査実施に関する整理

①調査日及び調査時間
②調査河川・湖沼及び調査地点
③先行晴天日数
④採取用ネットの仕様
・開口部のサイズ
・ネット目開きの大きさ
・網長
⑤選択した前処理方法
・酸化処理（実施の有無、使用試薬）
・比重分離（実施の有無、使用試薬）
⑥マイクロプラスチックの同定に用いた FT-IR 機器、ライブラリ名

2）調査地点・試料検体に関する整理

必須項目
①調査地点名称
②試料採取位置（位置情報データ）
③水深
④流速（流速計により測定した場合）（河川）
⑤ろ水時間又は曳網時間
⑥ろ水計の回転数及びろ水量
⑦曳網距離（湖沼）
⑧航跡（湖沼）
⑨船速（湖沼）
⑩船舶から採取位置（湖沼）⑪試料採取方法（河川では、橋梁の上からの降下又は河川低水路内への立ち入り、湖沼では、船舶による曳網の別）
⑫採取用ネットの浸水時間（開始時刻及び終了時刻）

⑬風向、風速及び波向き（湖沼）
⑭マイクロプラスチックの個数
⑮マイクロプラスチックの個数密度
⑯プラスチック同定ができなかったプラスチック候補粒子の数

推奨項目
①天候（採取日前1週間程度）
②気温、水温
③濁度
④潮汐の状態
⑤採取地点川底・湖底の状態（石、土砂、不可視等）
⑥周辺状況（河川・湖沼工事、排水口、雨水吐口の有無、漂流ごみ等）
⑦流量（流量データを取得した場合又は実地測定した場合）
⑧河川・湖沼水位（採取前1週間以上：流況（平水時、出水時等）を把握する場合）
⑨流入・流出河川の情報
⑩マイクロプラスチックの質量
⑪マイクロプラスチックの質量濃度
⑫形状別の割合
⑬色別の割合
⑭サイズ別の割合
⑮プラスチック種別の割合

9.3　調査結果の整理

調査結果を整理することで、河川におけるマイクロプラスチック分布状況に関する基礎情報を得ることができると考えられる。調査結果の整理例を以下に示す。

なお、整理結果の比較等にあたっては、採取されるマイクロプラスチックの量が、同一地点で同時採取しても2倍以上の差がある場合も認められる、変動の大きなものであることに留意する。

1）河川の上流から下流におけるマイクロプラスチック量の推移

一つの河川において、上流から下流にかけて複数地点で調査した場合、上流から下流にかけて調査地点ごとにマイクロプラスチックの個数密度がどのように変化するかグラフ等により整理する。質量を計測した場合は、質量濃度の変化についてもグラフ化する。

2）調査地点ごとのマイクロプラスチックの粒径分布

調査地点ごとの特徴の把握及び調査地点間の比較をするため、調査地点ごとに、0.1 mm 間隔で分類した長径別のマイクロプラスチックの個数や形状別のマイクロプラスチックの個数をグラフ化する。

参考資料

参考1　調査結果の評価例

1）調査対象河川の流域情報によるマイクロプラスチック個数密度の増減傾向

・環境省調査では、調査対象河川について流域背景情報を収集し、調査地点ごとに、マイクロプラスチックの個数密度と流域背景情報を比較したところ、以下の傾向が見られた。

表：参-1　マイクロプラスチック個数密度と流域背景情報との比較

流域背景情報		マイクロプラスチック個数密度との関係
名称	概要	
人口密度	国土数値情報ダウンロードサービス（国土交通省）を用いて調査地点上流域における流域面積及び流域人口を集計し、得られた流域人口を流域面積で除したもの。	正の相関
市街地率	国土数値情報ダウンロードサービス（国土交通省）を用いて調査地点上流域における流域面積及び都市域面積を集計し、得られた都市域面積を流域面積で除したもの。	正の相関
森林比率	国土数値情報ダウンロードサービス（国土交通省）を用いて調査地点上流域における流域面積及び森林域面積を集計し、得られた森林域面積を流域面積で除したもの。	負の相関
BOD値	調査地点における過去5年間のBOD値の平均値。	正の相関

2）マイクロプラスチックの排出量推計

河川水中のマイクロプラスチック及びマクロプラスチックの個数密度や質量密度、水収支分析を用いて、国内でのプラスチック流出量マップの研究が行われている[IV]。

当該研究においては、都道府県単位でのプラスチック排出量推計（最小値、中間値、最大値）が表：参-2のとおり示されている。

また、推計に用いた河川水中のマイクロプラスチックの個数密度等は表2のとおりである。

表：参-2　都道府県別プラスチック排出量推計（単位：t/年）

都道府県名	最小値	中間値	最大値
北海道	5.2	91.6	594.1
青森県	1.5	26.3	101.5
岩手県	0.5	33.6	158.1
宮城県	3.8	21.8	74
秋田県	0.8	38.1	175.3

都道府県名	最小値	中間値	最大値
滋賀県	2.1	14.1	47.2
京都府	2.6	16.3	59.3
大阪府	7.8	24	60.5
兵庫県	6.3	28.8	100.7
奈良県	2.2	12.8	49.2

IV Nihei, Y.; Yoshida, T.; Kataoka, T.; Ogata, R. High-Resolution Mapping of Japanese Microplastic and Macroplastic Emissions from the Land into the Sea. Water 2020, 12, 951.

都道府県名	最小値	中間値	最大値
山形県	1.2	32.7	137.9
福島県	2.2	35.3	136.4
茨城県	3.7	23.5	76.9
栃木県	3.9	21.6	73.2
群馬県	3.5	18.4	62.7
埼玉県	7	28.5	81.9
千葉県	6.7	31.2	94.9
東京都	12.7	36	103.4
神奈川県	10	31.6	83
山梨県	1.5	12.9	47.6
長野県	2	36.2	138.7
新潟県	7.2	70.6	257.8
富山県	3.9	24.1	82.7
石川県	3.3	22.2	77.5
福井県	2.4	19.8	72
岐阜県	5.5	43.2	162.9
静岡県	9	45	146.1
愛知県	8.7	40.4	117.3
三重県	5	26.5	91.2

都道府県名	最小値	中間値	最大値
和歌山県	1.4	18.7	73.9
鳥取県	1.1	13.3	49.7
島根県	0.6	18.9	80.2
岡山県	2.7	17.2	61.3
広島県	3.2	24	87.9
山口県	2	20.8	74.6
徳島県	1.3	14	56.6
香川県	1.1	5.9	20
愛媛県	1.6	18	67.5
高知県	1.2	23.1	121.6
福岡県	7.6	35.1	107.2
佐賀県	2.1	12.1	38.5
長崎県	2.2	16	55.3
熊本県	4	33.9	122.8
大分県	1.7	21.2	78.9
宮崎県	2.5	35.5	136
鹿児島県	3.2	40.4	149.3
沖縄県	2.6	11.2	36.7

表参-3 推計に用いた河川水中のマイクロプラスチック個数密度等

No	河川名	調査地点	マイクロプラスチック個数密度（個／m^3）	マイクロプラスチック質量密度（mg／m^3）	人口密度（人/km^2）	都市比率（%）
1	声問川	小松橋	0.19	0	4	1
2	下エベコロベツ川	豊富橋	1.81	0.19	6	1
3	石狩川	達布大橋	4.11	0.69	38	2
4	豊平川	南二十二条大橋	1.24	0.06	126	3
5	北上川	明治橋	0.14	0	141	5
6a	最上川	庄内大橋	0.36	0.08	130	6
6b	最上川	黒滝橋	0.49	0.12	182	8
6d	最上川	此の木橋	1.48	0.02	94	6
7	須川	落合橋	8.12	1.52	362	15
8	阿武隈川	天神橋	0.39	0.01	216	10
9	久慈川	富岡橋	0.03	0	59	3
10	那珂川	那珂川橋	0.7	0.03	145	8
11	桜川	栄利橋	2.46	0.74	265	17
12	鬼怒川	豊水橋	0.4	0.01	54	11
13	渡良瀬川	野渡橋	1.53	0.07	429	15
14a	利根川	栄橋	0.37	0.07	475	17
14b	利根川	利根川橋	8.68	2.36	329	14
14c	利根川	坂東橋	0.17	0.03	414	14
15a	大堀川	木崎橋	4.4	3.31	7161	85
15b	大堀川	勝橋	12.88	1.08	6066	82
16	江戸川	野田橋	3.32	0.58	2366	57

No	河川名	調査地点	マイクロプラスチック個数密度（個／m^3）	マイクロプラスチック質量密度（mg／m^3）	人口密度（人/km^2）	都市比率（%）
17a	中川	吉越橋	2.31	1.78	1784	45
17b	中川	新開橋	5.98	1.74	1000	37
18a	荒川	羽根倉橋	4.57	0.97	636	17
18b	荒川	開平橋	7.4	1.37	403	12
18c	荒川	御成橋	8.35	0.32	219	8
18d	荒川	熊谷大橋	4.59	0.05	157	7
18e	荒川	玉淀大橋	0.44	0.02	128	5
18f	荒川	旧秩父橋	1.15	0.16	78	3
19	市野川	松永橋	2.09	0.43	1002	42
20	武蔵水路	外聖橋	1.31	0.04	330	12
21	吉野川	万年橋	17.27	0.59	445	26
22	養老川	霞橋	0.71	0	208	10
23	小櫃川	中川橋	3.29	0.15	110	6
24	小糸川	六三橋	1.43	0.12	116	5
25	多摩川	丸子橋	1.11	0.24	2931	31
26a	鶴見川	新横浜橋	14.24	3.33	6619	72
26b	鶴見川	鴨池橋	13.81	3.62	6877	73
26c	鶴見川	川和北八朔橋	30.67	1.52	5759	67
26d	鶴見川	落合橋	6.15	1.16	6752	72
26e	鶴見川	恩廻橋	10.52	2.11	5230	66
26f	鶴見川	住吉橋	2.59	0.32	5768	23
27	相模川	相模大橋	0.3	0.04	446	12
28	利根運河川	ふれあい橋	12.66	2.81	1333	50
29	早木戸川	芝沢	3.51	0.13	35	2
30	逆川	緑橋	0.6	0.46	600	26
31	庄内川	新名西橋	63.89	16.15	2045	44
32	木曽川	川島大橋	0.55	0.04	79	2
33	長良川	長良大橋	1.79	0.04	110	6
34	揖斐川	揖斐大橋	1.01	0.01	72	3
35	九頭竜川	中角橋	2.01	0.06	72	4
36	足羽川	九十九橋	7.35	1.7	144	5
37	鴨川	京川橋	4.93	0.77	2378	30
38	桂川	宮前橋	9.57	3.61	924	14
39	宇治川	御幸橋	1.83	1.2	333	11
40	淀川	枚方大橋	2.01	0.11	491	12
41	猪名川	南園橋	6.39	0.68	1261	22
42a	大和川	大正橋	6.94	0.37	1266	30
42b	大和川	御幸大橋	11.09	2.52	1192	31
43	都賀川	下河原橋	1.38	0.03	4276	28
44	生田川	布引橋	0.22	0.01	303	3
45	千代川	千代大橋	0.99	0.01	83	4
46	天神川	天神橋	1.95	0.04	86	4
47	日野川	新日野橋	0.45	0.04	25	2

No	河川名	調査地点	マイクロプラスチック個数密度（個／m^3）	マイクロプラスチック質量密度（mg／m^3）	人口密度（人/km^2）	都市比率（%）
48	斐伊川	瑞穂大橋	0.28	0.01	53	4
49	五右衛門川	日の出橋	3.98	0.45	643	29
50	旭川	岡北大橋	0.9	0.04	70	4
51	錦川	御庄大橋	0.11	0	21	2
52	佐波川	沖の原橋	0.12	0	19	1
53	椹野川	高田橋	0.65	0.02	339	13
54a	物部川	物部川橋	1.07	0.12	26	1
54b	物部川	町田橋	1.48	0.18	21	1
55	仁淀川	仁淀大橋	3.76	0.03	43	2
56a	四万十川	下田付近	1.35	0.04	37	2
56b	四万十川	下田付近	0.39	0	37	2
57	重信川	出合橋	0.64	0.06	658	12
58	矢落川	生々橋	0.26	0	218	8
59	肱川	畑ノ前橋	0.42	0.03	93	8
60	遠賀川	勘六橋	1.27	0.07	508	19
61	彦山川	岡森橋	5.24	3.04	406	17
62	花月川	花月川橋	1.37	0.05	100	4
63	菊池川	山鹿西部大橋	2.28	3.11	181	11
64	黒川	車帰橋	0.21	0.01	125	9
65	白川	代継橋	5.51	0.01	334	12
66	緑川	著町橋	8.25	0.43	67	5
67	球磨川	西部大橋	0.84	0.11	50	3
68	川内川	宮之城橋	1.21	0.68	68	6
69	吹通川	上流側	0.23	0.02	0	0
70a	宮良川	開南橋	12.77	0.62	12	2
70b	宮良川	川原橋	0.97	0.31	11	2

参考2　河川・湖沼マイクロプラスチック調査ガイドライン作成の検討を行った検討会

令和元年度河川のマイクロプラスチック調査検討会　委員名簿

国立環境研究所 資源循環・廃棄物研究センター 基盤技術・物質管理研究室
主任研究員 鈴木 剛

京都大学大学院　地球環境学堂 環境調和型産業論分野
准教授 田中 周平

東京理科大学 理工学部 土木工学科
教授 二瓶 泰雄 （座長）

（令和2年3月時点　五十音順・敬称略）

令和２年度プラスチックごみの海洋への流出実態把握検討会　委員名簿

日本プラスチック工業連盟
専務理事 加藤 英仁

群馬大学 大学院理工学府 環境創生部門
教授 黒田 真一

国立環境研究所 資源循環・廃棄物研究センター 基盤技術・物質管理研究室
主任研究員 鈴木 剛

京都大学大学院　地球環境学堂 環境調和型産業論分野
准教授 田中 周平

東京大学大学院 工学系研究科都市工学専攻
講師 中谷 隼

東京理科大学 理工学部 土木工学科
教授 二瓶 泰雄 （座長）

公益財団法人 かながわ海岸美化財団
主事 柱本 健司

高知大学 教育研究部 自然科学系農学部門
教授 藤原 拓

（令和3年3月時点　五十音順・敬称略）

令和４年度プラスチックごみの海洋への流出実態把握検討会　委員名簿

愛媛大学大学院理工学研究科　生産環境工学専攻
准教授　片岡　智哉

日本プラスチック工業連盟
専務理事 加藤 英仁

群馬大学 大学院理工学府 環境創生部門
教授 黒田 真一

国立環境研究所 資源循環領域
主幹研究員 鈴木 剛

京都大学大学院　地球環境学堂 環境調和型産業論分野
准教授 田中 周平

東京大学大学院 工学系研究科都市工学専攻
准教授 中谷 隼

東京理科大学 理工学部 土木工学科
教授 二瓶 泰雄 （座長）

公益財団法人 かながわ海岸美化財団
主事 柱本 健司

京都大学大学院　工学研究科　都市環境工学専攻
教授 藤原 拓

（令和5年3月時点　五十音順・敬称略）

別添

河川マイクロプラスチック調査ガイドラインにおける
前処理の自動化に関する標準的仕様

目次

1　はじめに--1
2　自動化検討内容の詳細--1
3　仕様--2
　3-1　機器機能概要--2
　3-2　機器構成概要--3
　3-3　性能試験方法--5

附属書

1　装置概要--6
2　装置構成例--6
3　使用する溶液--6
4　機能説明--7
5　動作説明--8
6　動作シーケンス例--9
7　性能試験結果--10

1　はじめに

河川マイクロプラスチック調査ガイドラインにおける前処理工程には、調査結果が作業者の技量によって左右されるところが多く、また作業に多くの時間を要しているという課題があるため、河川マイクロプラスチック調査ガイドラインに沿った前処理工程の自動化の検討を行い、標準的仕様を作成した。なお、本検討は河川試料についてのみ実施したが湖沼・海洋表層試料についても応用が期待できる。

２　自動化検討内容の詳細

河川マイクロプラスチック調査ガイドラインにおける前処理工程の 4.2 酸化処理については、ガラス製の分取容器に、酸化処理用の反応液をポンプで供給し、加熱温度の調節及び攪拌、反応時間の制御を行うことで、自動化を行った。また、4.3 比重分離については、前述と同じ分取容器において洗浄液による洗浄を行った後、比重分離用の重液をポンプで供給し、初期攪拌及び静置時間の制御を行い、静置による比重分離終了後にポンプで重液を追加供給し、上澄み液をくみ上げ、上澄み液から抽出した MPs 候補粒子をフィルタに回収する方法で、自動化を行った。

本検討で対象とした自動化の範囲を図１の太枠で示す。

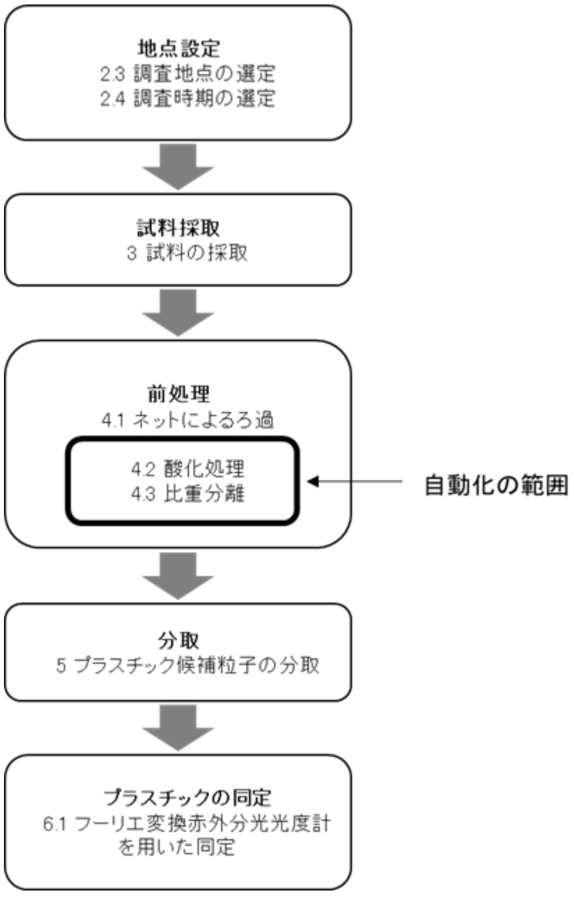


図１　河川マイクロプラスチック調査ガイドラインにおける試料採取から測定の流れ

3　仕様

(1) 対象試料

河川マイクロプラスチック調査ガイドラインに則り採取された試料

注(1)　川底、海底、砂浜等の砂泥や藻類を多く含む試料は含まない。

(2) 選別対象物のサイズ

1 mm～5 mm(長径)

注(2)　1 mm（長径）未満又は0.42 mm（短径）未満のものは参考値とする。

(3) 有機夾雑物の分離・低減方法

過酸化水素水等の反応液を用いた酸化処理

(4) 無機夾雑物の分離・低減方法

ヨウ化ナトリウム水溶液等の重液を用いた比重分離

(5) マイクロプラスチック(以下 MPs)候補粒子の回収方法

フィルタ等により重液の上澄みに比重分離した MPs 候補粒子を回収

(6) MPs 候補粒子の回収率

80 %以上（標準試料）

3-1　機器機能概要

本装置は以下の機能を持つ。

(1) 水、試薬の供給

定量ポンプ等を使用して洗浄液、反応液、重液を分取容器に供給できること。

(2) 排水

定量ポンプ等を使用して分取容器内の溶液を廃液ボトルに排出できること。

(3) 洗浄

分取容器内に洗浄液を供給し、洗浄できること。

(4) 加熱・温度制御

分取容器を加熱、保温できること。分取容器内の溶液の温度を常温～55 ℃の範囲において±5 ℃の精度に保てるように制御できること。

(5) 攪拌

分取容器内の溶液を攪拌できること。

(6) 酸化

分取容器内に入れた試料に反応液を供給して行う。酸化時間は、8 日間程度まで設定できること。

(7) 比重分離

分取容器に重液を供給して行う。比重差により MPs 候補粒子は上澄みに分離される。比重分離において溶液を静置させる時間は、24 時間程度まで設定できること。

(8) MPs 候補粒子のくみ上げ

分取容器に重液を供給して、上記比重分離処理で溶液の上澄みに分離した MPs 候補粒子を、溶液と共に分取容器上部からくみ上げ、抽出することができること。

注(1)　くみ上げ処理は複数回の動作設定ができること。

(9) MPs 候補粒子の回収

上記くみ上げ処理で抽出した MPs 候補粒子を含む溶液からフィルタ等を用いて MPs 候補粒子を回収できること。

(10) 試薬ボトル

酸化処理用反応液、比重分離用重液の必要な量が安全に保存できること。

(11) 廃液回収

酸化処理用反応液、比重分離用重液、洗浄液の廃液は、ボトル等に安全に回収できること。

3-2　機器構成概要

本装置は以下の各部で構成される。

(1) 分取容器

分取容器には試薬等を添加するための注入口、及び容器内に注がれたこれら溶液を排出するための排出口を設ける。比重分離した上澄み液を排出するための排出口を設ける。接液部には容器内に添加する反応液や重液の影響を受けにくい材質を使用すること。

(2) ストレーナ

分取容器内に投入する MPs を含む試料を受けて、固形物と液状物質を分離するための網状の器具である。目開き 200 μｍ程度の網目のものを使用する。接液部には容器内に添加する反応液や重液の影響を受けにくい材質を使用すること。

(3) 加熱・温度制御機構

分取容器内の溶液を加熱・保温できる温度制御機構

(4) 攪拌子・攪拌機構

分取容器内に入れる攪拌子と、それを攪拌する機構。接液部には容器内に添加する反応液や重液の影響を受けにくい材質を使用すること。

(5) 送液機構

試薬等を分取容器に送液する機構。接液部には容器内に添加する反応液や重液の影響を受けにくい材質を使用すること。

(6) 排水機構

分取容器内の溶液を外部に排出する。接液部には容器内に添加する反応液や重液の影響を受けにくい材質を使用すること。

(7) 回収フィルタ

比重分離した上澄み液中のMPs候補粒子を回収する。目開き100 μｍ程度のものを使用する。接液部には容器内に添加する反応液や重液の影響を受けにくい材質を使用すること。

(8) 試薬ボトル

酸化処理用反応液、比重分離用重液の必要な量を保存する容器。接液部には容器内に添加する反応液や重液の影響を受けにくい材質を使用すること。

(9) 廃液回収部

分取容器から排出される溶液をボトル等に回収する。なお、過酸化水素水とヨウ化ナトリウム水溶液を使用する場合には、試薬が混合すると激しい反応を起こすため、別々の容器に回収することが望ましい。接液部には容器内に添加する反応液や重液の影響を受けにくい材質を使用すること。

(10) 配管

接液部には容器内に添加する反応液や重液の影響を受けにくい材質を使用すること。

(11)動作条件設定部

酸化処理の時間、比重分離処理における静置時間、MPs候補粒子のくみ上げ処理の回数等を設定できること。

3-3　性能試験方法

(1) 試験方法

市販のプラスチック標準粒子を用いて、添加回収試験を行う。この試験は、夾雑物が無い条件で、装置の基本的な性能を確認するものである。

(2) 使用するプラスチック粒子

材質ポリエチレン、比重 1 及び比重 1.35 程度、サイズ 500～600 μm の 2 種類の粒子を使用する。

注(1)　比重 1.35 程度の粒子とは、ポリエチレンの内部に金属が内蔵され、比重が調整された粒子である。それぞれの回収率を確認し易くするため、2 種類の粒子は異なる色を使用することが望ましい。

(3) 試験条件

① 標準粒子の添加数：比重 1 及び比重 1.35 程度の粒子を 25 個ずつ合計 50 個

② 酸化処理に使用する溶液：濃度 30 %の過酸化水素水

③ 酸化処理時間：15 分程度

④ 比重分離に使用する溶液：濃度 5.3 mol/L のヨウ化ナトリウム水溶液

⑤ 比重分離の静止時間：15 分程度

上記の条件で、試験回数は 3 回以上行うものとする。

(4) 手順

① 装置にプラスチック標準粒子を投入する。

② (3)の試験条件で装置を動作させ、回収フィルタに捕集されたプラスチック粒子を回収する。

③ 回収されたプラスチック粒子を計数し、回収率を計算する。

$$\text{回収率} = \frac{\text{装置で回収した標準粒子の個数}}{\text{添加した標準粒子の個数}} \times 100\ (\%)$$

④ ①～③の試験を繰り返す。

(5) 判定基準

それぞれの試験において、回数率がいずれも 80 %以上あること。

表 1　試験結果の整理例

試験回数	標準粒子の種類	標準粒子の添加個数	標準粒子の回収個数				回収率 (%)
			くみ上げ処理 1回目	くみ上げ処理 2回目	くみ上げ処理 3回目	合計	
1回目	比重1.00	25個					
	比重1.35	25個					
2回目	比重1.00	25個					
	比重1.35	25個					
3回目	比重1.00	25個					
	比重1.35	25個					

附属書（参考）

本附属書は、令和３年度マイクロプラスチック調査機器開発業務で、標準的仕様作成のために検討した装置を例として示したものである。

1　装置概要

本装置は、MPs 調査用試料の酸化処理及び比重分離の二つの工程を一つのガラス製分取容器で行い、比重分離後の上澄み液を分取容器からオーバーフローさせ、MPs 候補粒子を回収フィルタに自動的にくみ取り捕集する装置である。

2　装置構成例

装置の構成例を図２に示す。

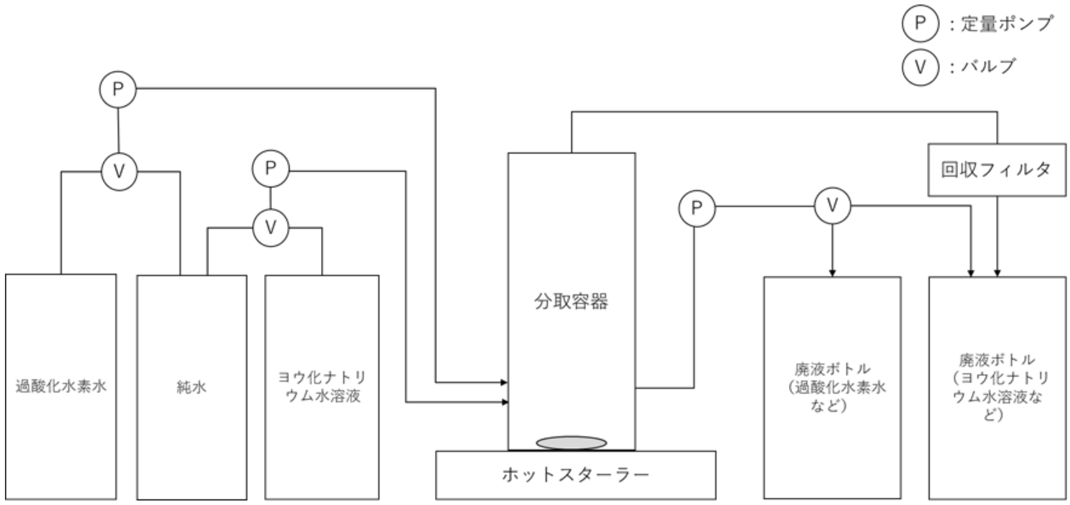


図２ 装置の構成例

3　使用する溶液

(1) 純水

分取容器内部の置換、洗浄に使用する。

(2) 過酸化水素水

試料中の夾雑物に含まれる有機物などを酸化し、分解処理するために使用する。

濃度 30 %に調製したものを使用する。

(3) ヨウ化ナトリウム水溶液

比重分離処理に使用する。

濃度 5.3 mol/L に調製したものを使用する。

4　機能説明

(1) 分取容器

ガラス製で400mL程度の容量である。容器は上部と下部で分かれ、下部にストレーナをはめ込み、ストレーナを上部と下部で挟み込み固定する構造となっている。底面付近に純水、過酸化水素水、ヨウ化ナトリウム水溶液を注入するための注入口を持つ。過酸化水素水とヨウ化ナトリウムが接することがないよう、これらを注入するための注入口、及び配管は個別に設けられている。

純水に関しては、配管の溶液置換のために過酸化水素水およびヨウ化ナトリウム水溶液の送液配管と共通化されている。同じく底面付近に、分取容器内の溶液を排出するための排出口を持つ。排出口、及び配管は電磁弁を利用して共通化されている。

容器の最上部は、オーバーフロー処理により押し出された試料を回収用フィルタへ送るための、内径6 mm程度の配管となっている。

(2) ストレーナ

MPsを含む試料をこのストレーナ上に投入し、固形物と液状物質を分離する。長径300 μm以上のMPsが漏出しないように、ステンレス製で目開き180 μmのものを使用している。

(3) 加熱・温度制御機構

設定した温度で制御できるホットスターラを使用し、(4)の攪拌機構を兼ねる。

(4) 攪拌機構

分取容器に投入された攪拌子を回転させ、容器内の溶液を攪拌する。ホットスターラを使用し、(3)の加熱・温度調節機構を兼ねる。

(5) 送液機構

チューブポンプを使用し、吐出能力が120～140 mL/minとなっている。チューブは過酸化水素水やヨウ化ナトリウム水溶液に対して安定な熱可塑性エラストマー系の材質のものを使用している。

(6) 排水機構

チューブポンプを使用する。チューブは過酸化水素水やヨウ化ナトリウム水溶液に対して安定な熱可塑性エラストマー系の材質のものを使用している。

(7) 回収フィルタ

ステンレス製で目開き90 μmのものを使用している。

(8) 廃液回収部

分取容器下部の排出口からの廃液は電磁弁を利用して、過酸化水素水を含む廃液とヨウ化ナトリウムを含む廃液を別々の廃液ボトルに回収する。これは過酸化水素水とヨウ化ナトリウム水溶液を混合することによる化学反応を避けるためである。

(9) 配管

過酸化水素水を流す部分やヨウ化ナトリウム水溶液に対して安定なシリコーン製の配管を使用している。

（10）条件設定部

酸化処理の時間、比重分離処理における静置時間、オーバーフロー処理の回数などを設定できる。

5　動作説明

① 分取容器内のストレーナに試料を投入する。

注(1)　一度に処理する試料の量は、乾燥重量が数ｇ以内とし、夾雑物が多い試料については分割する。

② 分取容器をホットスターラ上に置き、配管を接続する。

③ 回収部に回収フィルタをセットする。

④ 動作条件設定部で酸化処理の時間（例えば３日間）、比重分離における静置時間（例えば３時間）、オーバーフロー処理の回数（例えば３回）などを設定する。

⑤ 分取処理を開始させる。最初に試料中の液体を排出する。

⑥ 30 %の過酸化水素水を、徐々に設定された分量まで注入する。最大注入量は酸化処理の時間によって決まる。

⑦ 酸化処理を行う。スターラの攪拌子をゆっくり回転させながら、酸化処理を促進するため分取容器内の溶液が 55 ℃を保つよう制御する。

注(2)　プラスチックの変質を防止するため、溶液の温度は 60℃以下とする。

⑧ 最大で 8 日間、上記の酸化処理の状態を継続する。

⑨ 酸化処理を終了させる。分取容器への加温を停止し、攪拌子を停止する。

⑩ 分取容器から過酸化水素水を過酸化水素水用の廃液ボトルに排出する。

⑪ 分取容器を純水で洗浄する。分取容器に純水を注いだ後に過酸化水素水用の廃液ボトルに排出する。この置換洗浄処理を複数回繰り返す。

⑫ ヨウ化ナトリウム水溶液を比重分離に必要な適量分、分取容器に注ぐ。

⑬ 容器内の溶液を 90 秒間攪拌した後、MPs 候補粒子が溶液の上澄みに集まるよう、設定された時間だけ静置させ、比重分離を行う。

⑭ 静置させて MPs 候補粒子を溶液の上澄みに分離させた後、注入口からヨウ化ナトリウム水溶液を更に適量分注ぎ、分取容器の上部から MPs 候補粒子を含む溶液をオーバーフローさせる。

⑮ MPs 候補粒子を含むオーバーフロー溶液を回収フィルタに通し、固形物を回収する。

⑯ ⑬～⑮のオーバーフロー処理を、設定した回数だけ繰り返し行う。

⑰ ヨウ化ナトリウム水溶液をヨウ化ナトリウム水溶液用の廃液ボトルに排出する。

⑱ 分取容器を純水で洗浄する。分取容器に純水を注いだ後にヨウ化ナトリウム水溶液用の廃液ボトルに排出する。この置換洗浄処理を複数回繰り返す。

6　動作シーケンス例

本装置の動作シーケンス例を以下に示す。

分取の準備
試料を投入した分取容器を装置にセットし、各配管の接続、回収フィルタをセット

↓

分取の条件設定
酸化処理および比重分離静置の時間、オーバーフロー回数などを設定する

↓

処理開始

↓ ←試料中の液体を排出

酸化分解処理
過酸化水素水を容器に注入し、加熱・攪拌しながら設定した時間の酸化処理を行う

↓ ←過酸化水素水を排出
←容器を純水で置換洗浄

比重分離処理（1）試薬の注入
ヨウ化ナトリウム水溶液を容器に注入する

↓

比重分離処理（2）静置/分離処理
攪拌処理後、設定した時間の静置を行う

↓

比重分離処理（3）オーバーフロー処理
追加のヨウ化ナトリウム水溶液を容器に注入して MPs を含む上澄みを容器上部よりオーバーフローさせて回収フィルタで MPs を捕集する。

設定した回数繰り返す

↓ ←ヨウ化ナトリウム水溶液を排出
←容器を純水で置換洗浄

完了

7　性能試験結果

装置構成例で示した装置を用いて、3-3 性能試験方法に則り実施した性能試験結果の例を以下に示す。

表 2　性能試験時の装置の動作条件

工程	項目	性能試験時の動作条件
酸化処理工程	使用した溶液	濃度 30%の過酸化水素水、100mL
	加熱温度	溶液の温度が約 55℃になるように温度調節
	酸化処理時間	0.2 時間（12 分）
比重分離工程	使用した溶液	5.3mol/L のヨウ化ナトリウム水溶液、250mL
	比重分離の静置時間	0.2 時間（12 分）
回収工程	オーバーフロー回数	3 回

表 3　添加したプラスチック粒子の種類

型式（Cospheric 社製）	サイズ（直径）	材質	比重	形状	色
PNKPMS-1.00	500～600 μm	ポリエチレン	1.00	球状	桃色
WPMS-1.35	500～600 μm	ポリエチレン （酸化チタン内蔵）	1.35	球状	白色

表 4　性能試験結果

添加したプラスチック粒子の種類	試験回数	添加個数	回収個数				分取容器内の残留数	回収率
			オーバーフロー回数					
			1 回目	2 回目	3 回目	合計		
		個	個	個	個	個	個	
ポリエチレン 500-600 μm 比重 1.00 比重 1.35 混合	1 回目	25 (比重 1.00)	25	0	0	25	0	100%
		25 (比重 1.35)	25	0	0	25	0	100%
	2 回目	25 (比重 1.00)	19	4	2	25	0	100%
		25 (比重 1.35)	22	3	0	25	0	100%
	3 回目	25 (比重 1.00)	17	8	0	25	0	100%
		24 (比重 1.35)	20	3	0	23	1	95.8%
	平均値							99.3%

出典：環境省令和 3 年度マイクロプラスチック調査機器開発業務報告書